

Controlo da Qualidade: Auditorias Técnicas em Laboratórios Químicos

Tânia Sofia Rodrigues da Silva

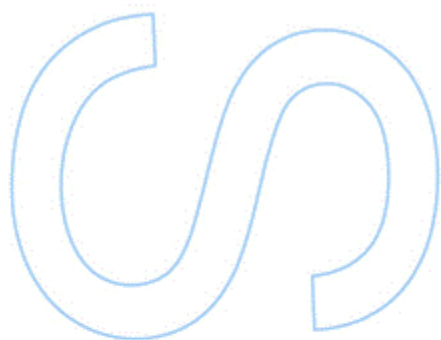
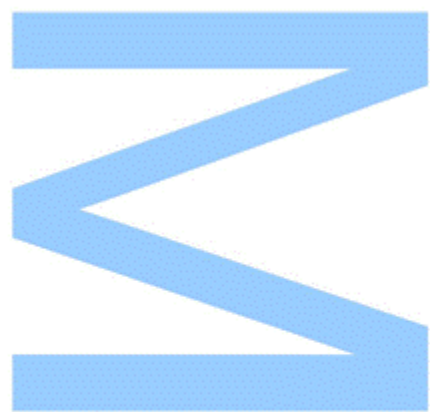
Mestrado em Bioquímica
Departamento Química e Bioquímica
2017

Orientador (Faculdade)

Nuno Filipe da Cruz Baptista Mateus, Professor Associado,
Faculdade de Ciências, Universidade do Porto

Orientador (Empresa)

André Oliveira, Engenheiro Alimentar,
Silliker Portugal S.A.

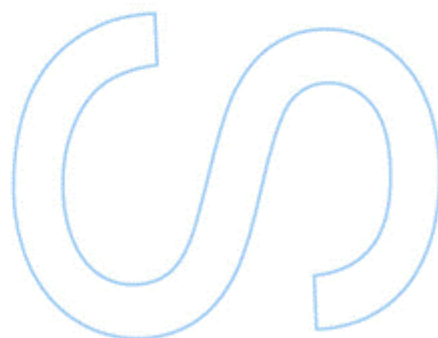
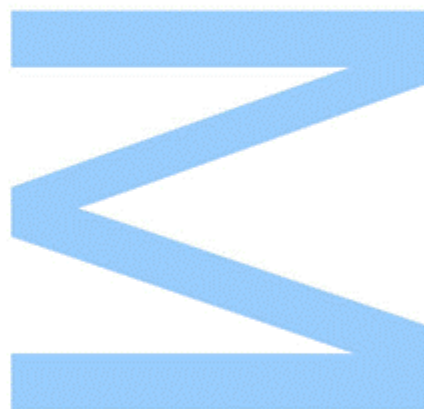




Todas as correções determinadas pelo júri, e só essas, foram efetuadas.

O Presidente do Júri,

Porto, ____/____/____



Agradecimentos

Ao Eng.º André Oliveira e à Liliana Silva, pela orientação ao longo de todo o estágio, agradeço os ensinamentos, a motivação e o apoio. À Silliker Portugal, por me ter acolhido e proporcionado esta experiência.

Agradeço ao Professor Nuno Mateus, orientador da faculdade, pelo apoio e disponibilidade.

À minha família, particularmente aos meus pais e à minha avó, pelo amor, carinho e educação que sempre me transmitiram.

Agradeço ao Ricardo, por estar sempre ao meu lado com a maior paciência do mundo.

Aos meus amigos, por todo o companheirismo, amizade e por estarem ao meu lado nos bons e maus momentos. À Barbie, a minha jornalista preferida, obrigada pela amizade sincera. À Mafalda e às Ritas, as melhores colegas que podia pedir.

Resumo

O estágio curricular teve a duração de nove meses e foi realizado na empresa Silliker Portugal S.A., um laboratório acreditado segundo a norma internacional NP EN ISO/IEC 17025 e pertencente ao grupo Mérieux NutriSciences, que presta serviços no setor agroalimentar.

A alimentação ocupa um papel fundamental para a saúde e bem-estar da população. No entanto, os alimentos podem ser reservatórios ou veículos de agentes biológicos, físicos e químicos que podem colocar em risco a saúde do consumidor, o que faz com que a segurança e a qualidade alimentar tenham ganho cada vez mais importância nas últimas décadas. As análises realizadas aos produtos agroalimentares são fundamentais para obter informação sobre a composição nutricional e determinar o teor de contaminantes nos alimentos. As auditorias técnicas são auditorias de primeira parte, onde é possível averiguar se a norma/procedimento (relativo a um determinado método) é seguido pelo analista.

O trabalho realizado teve como principais objetivos a aquisição de competências no âmbito da gestão da qualidade e requisitos inerentes a um laboratório acreditado de acordo com a NP EN ISO/IEC 17025. Teve, também, como finalidade a integração em ambiente industrial e a aquisição de novos conhecimentos, que permitam desenvolver a capacidade de adaptação a novas situações no contexto profissional.

Foram realizadas 16 auditorias a métodos acreditados e não acreditados do laboratório de química clássica aos seguintes métodos: AOAC 985.29 *Total dietary fiber*; ISO 1738 - IDF 12:2004 *Determination of salt content*; ISO 6886:2016 *Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test)*; NP 1223:1976 Determinação do teor de cloretos. Processo corrente; NP 1421:1977 Determinação do teor de acidez; NP 1612 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência; NP 1613: 1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência; NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência; NP 3966:1991 Derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido; NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda; NP 518:1986 Determinação do teor de cinza total. Processo de incineração a 550°C; NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez; PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expressos em SO₂. Método Monier-Williams; PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico; PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria; PAFQ.363.0 Determinação de colagénio; PAFQ.084.3 Determinação dos açúcares redutores. Método por cromatografia líquida de alta resolução.

As auditorias realizadas foram divididas em duas partes: presencial e vertical. A auditoria presencial consiste no acompanhamento da realização do método e a auditoria vertical na verificação da rastreabilidade dos resultados produzidos, desde a preparação da amostra até à emissão do boletim analítico. Após a execução da auditoria é realizado um relatório da mesma onde são registadas todas as constatações (não conformidades ou oportunidades de melhoria), que são tratadas através da implementação de ações corretivas e/ou preventivas que se adequem às constatações em questão.

Palavras-chave

Auditoria, acreditação, NP EN ISO/IEC 17025, gestão da qualidade, indústria agroalimentar.

Abstract

The present report exposes the work performed during the curricular internship completed in Silliker Portugal, an accredited laboratory by NP EN ISO/IEC 17025.

Food industry can play a key role in helping to achieve Health and well-being of the population. However, they can be biological, physical and chemical agent's reservoirs or vehicles that can endanger consumers health, which have increased food safety and food quality in the last decades.

Analysis carried out in food products are important to obtain nutritional information and determinate the contaminants content in food. Technical audits are first-party audits to determine whether the procedure is followed by the analyst.

The aims of this work were the competences acquisition in quality management and inherent requirements to a laboratory accredited in accordance with NP EN ISO/IEC 17025.

The internship had also the purpose of integration in an industrial environment and the acquisition of new knowledge, that allow the adaptability to new situations in the professional context.

During the internship, there were performed 16 technical audits to accredited and unaccredited test methods: AOAC 985.29 Total dietary fiber in foods.; ISO 1738 - IDF 12:2004 Determination of salt content; ISO 6886:2016 Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test); NP 1223:1976 Determination of chloride content. Current process; NP 1421:1977 Determination of the acid content; NP 1612 Meat and meat products. Determination of total nitrogen content. Reference method; NP 1613: 1979 Meat, meat products and derivatives. Determination of total fat. Reference method; NP 1987:2002 Meat and meat products. Determination of hydroxyproline content. Reference method; NP 3966:1991 Derivatives of fruit and vegetables. Determination of drained weight; NP 475:1983 Milk. Determination of dry residue and dry matter free of fat; NP 518:1986 Determination of total ash content. Incineration process at 550 °C; NP 638:1985 Cream. Determination of acidity; PAFQ.006.0 Determination of sulfites, expressed in SO₂. Monier-Williams method; PAFQ.213.0 Determination of lactic acid; PAFQ.355.3 Determination of chlorides by potentiometry; PAFQ.363.0 Determination of collagen.

The audits were divided into two parts: presential and vertical. Presential audit is when the auditor follows the method execution and the vertical audit consists in verifying the traceability of the results, from sample preparation to the analytical report emission.

A report of the audit is carried out, with all the findings (nonconformities or

improvement opportunities). After the audit, corrective and/or preventive actions are implemented to prevent the occurrence/recurrence of nonconformities.

Keywords

Audit, accreditation, NP EN ISO/IEC 17025, quality control, food industry .

Índice

1.	Introdução	17
1.1.	A empresa.....	17
1.2.	Enquadramento do trabalho	20
2.	Acreditação.....	23
2.1.	Calibração de equipamentos de medição física	25
2.2.	Calibração analítica	25
2.3.	Controlo da qualidade em análises químicas	27
2.3.1.	Controlo da Qualidade Externo	27
2.3.2.	Controlo da Qualidade Interno	27
2.4.	Resultados em análises químicas	30
3.	NP EN ISO/IEC 17025:2005.....	32
3.1.	Requisitos de gestão.....	33
3.1.1.	Organização	33
3.1.2.	Sistema de gestão.....	35
3.1.2.1.	Sistema de Gestão da Silliker Portugal	35
3.1.3.	Controlo dos documentos	37
3.1.4.	Análise de consultas, propostas e contratos.....	38
3.1.5.	Subcontratação de ensaios e calibrações	38
3.1.6.	Aquisição de produtos e serviços	39
3.1.7.	Serviço ao cliente	39
3.1.8.	Reclamações.....	40
3.1.9.	Controlo de trabalho de ensaio e/ou de calibração não conforme	40
3.1.10.	Melhoria	40
3.1.11.	Ações corretivas	41
3.1.12.	Ações preventivas.....	41
3.1.13.	Controlo de registos	41
3.1.14.	Auditorias internas	42
3.1.15.	Revisões pela gestão	42
3.2.	Requisitos Técnicos	43
3.2.1.	Generalidades.....	43
3.2.2.	Pessoal.....	43

3.2.3.	Instalações e condições ambientais	44
3.2.4.	Métodos de ensaio e calibração e validação dos métodos.....	44
3.2.5.	Equipamento	45
3.2.6.	Rastreabilidade das medições.....	46
3.2.7.	Amostragem	46
3.2.8.	Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar	47
3.2.9.	Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração	47
3.2.10.	Apresentação dos resultados	47
4.	Auditorias	50
4.1.	Auditorias internas	50
4.2.	Resultados das auditorias realizadas	52
4.2.1.	Auditorias Realizadas	53
4.2.1.1.	Auditoria ao método ISO 1738 - IDF 12:2004 Determination of salt content.	53
4.2.1.2.	Auditoria ao método AOAC 985.29 Total dietary fiber in foods.	67
4.2.1.3.	Auditoria ao método ISO 6886:2016 Animal and vegetable fats and oils – Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test).	68
4.2.1.4.	Auditoria ao método NP 1223:1976 Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.	69
4.2.1.5.	Auditoria ao método NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.	70
4.2.1.6.	Auditoria ao método NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.	71
4.2.1.7.	Auditoria ao método NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.	71
4.2.1.8.	Auditoria ao método NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	72
4.2.1.9.	Auditoria ao método NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.	73
4.2.1.10.	Auditoria ao método NP 475:1983 Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda	73
4.2.1.11.	Auditoria ao método NP 518:1986 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550°C.....	74
4.2.1.12.	Auditoria ao método NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.	74
4.2.1.13.	Auditoria ao método PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso emSO ₂ . Método Monier-Williams	75
4.2.1.14.	Auditoria ao método PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico	76
4.2.1.15.	Auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria ..	77

4.2.1.16. Auditoria ao método PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.	78
5. Conclusões.....	79
6. Referências Bibliográficas.....	81
7. Anexos	86
Anexo 1 – Resumo dos serviços prestados pela empresa.....	86
Anexo 2 – Relatório da auditoria ao método AOAC 985.29 Total dietary fiber in foods.	88
Anexo 3 – Relatório da auditoria ao método ISO 6886:2016 Animal and vegetable fats and oils – Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test).	100
Anexo 4 - Relatório da auditoria ao método NP 1223:1976 Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.	106
Anexo 5 – Relatório da auditoria ao método NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.	113
Anexo 6 – Relatório da auditoria ao método NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.	119
Anexo 7 – Relatório da auditoria ao método NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.....	126
Anexo 8 – Relatório da auditoria ao método NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	133
Anexo 9 – Relatório da auditoria ao método NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.	143
Anexo 10 – Relatório da auditoria ao método NP 475:1983 Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.....	149
Anexo 11 - Relatório da auditoria ao método NP 518:1986 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C.	155
Anexo 12 – Relatório da auditoria ao método NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez....	161
Anexo 13 – Relatório da auditoria ao método PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso emSO ₂ . Método Monier-Williams.	167
Anexo 14 – Relatório da auditoria ao método PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico	175
Anexo 15 – Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.....	183
Anexo 16 – Relatório da auditoria ao método PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.	191

Índice de Figuras

Figura 1 - Instalações da Silliker Portugal S.A.	17
Figura 2 – Presença global do grupo Mérieux NutriSciences.	18
Figura 3 - Organigrama da estrutura da Silliker Portugal S.A.	19
Figura 4 - Diferenças entre segurança e qualidade.	20
Figura 5 - Exemplo de uma carta de controlo utilizada na Silliker Portugal	29
Figura 6 - Organigrama genérico de um laboratório acreditado	35
Figura 7 - Pirâmide Documental da Silliker Portugal	36
Figura 8 - Exemplo de um boletim analítico da Silliker Portugal	49
Figura 9 – Lista de trabalho utilizada pelo analista.	56
Figura 10 - Exemplo de um impresso com cálculos automáticos	57

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Vantagens da acreditação.	23
Tabela 2 - Requisitos do referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025:2005.	33
Tabela 3 - Matriz de relação entre o referencial normativo NP EN ISO/IEC e o SG da empresa.	37
Tabela 4 - Estudos realizados na validação do método.	45
Tabela 5 - Informação que deve constar num relatório de ensaio.	48
Tabela 6 - Cabeçalho do relatório da auditoria técnica da Silliker Portugal.	53
Tabela 7 - Relatório da auditoria. O método/norma.	54
Tabela 8 - Relatório da auditoria. Analista com acesso à cópia integral da norma.	54
Tabela 9 - Relatório da auditoria. Execução do procedimento pelo analista.	55
Tabela 10 - Relatório da auditoria. Amostra auditada no decorrer da auditoria presencial.	56
Tabela 11 - Relatório da auditoria. Impressos associados ao método.	57
Tabela 12 - Relatório da auditoria. Equipamentos utilizados na auditoria presencial.	58
Tabela 13 - Relatório da auditoria. Equipamento de medição de temperatura utilizado no decorrer da auditoria.	59
Tabela 14 - Relatório da auditoria. Equipamento de medição de volume utilizados no decorrer da auditoria presencial.	60
Tabela 15 - Relatório da auditoria. Equipamento de pesagem utilizados no decorrer da auditoria presencial.	61
Tabela 16 - Relatório da auditoria. Reagentes, soluções e consumíveis utilizados no decorrer da auditoria presencial.	61
Tabela 17 - Relatório da auditoria. Validação do método.	62
Tabela 18 - Relatório da auditoria. Amostra auditada no decorrer da auditoria vertical. ..	63
Tabela 19 - Relatório da auditoria. Lista de trabalho utilizada na auditoria vertical.	63
Tabela 20 - Relatório da auditoria. Cálculos e apresentação dos resultados.	64

Tabela 21 - Relatório da auditoria. Recursos humanos.....	65
Tabela 22 - Relatório da auditoria. Ensaio de comparação interlaboratorial.	66
Tabela 23 - Relatório da auditoria. Amostras diárias de controlo de processo	66
Tabela 24 - Serviços prestados pela Silliker Portugal S.A ⁽¹⁾	86
Tabela 25 - Relatório da auditoria ao método AOAC 985.29 Total dietary fiber in foods. .	88
Tabela 26 - Relatório de auditoria ao método ISO 6886:2016 Animal and vegetable fats and oils - Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test).	100
Tabela 27 - Relatório da auditoria ao método NP 1223:1976 Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.	106
Tabela 28 - Relatório da auditoria ao método NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.....	113
Tabela 29 - Relatório da auditoria ao método NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.	119
Tabela 30 - Relatório da auditoria ao método NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.	126
Tabela 31 - Relatório da auditoria ao método NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	133
Tabela 32 - Relatório da auditoria ao método NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.	143
Tabela 33 - Relatório da auditoria ao método NP 475:1983 Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	149
Tabela 34 - Relatório da auditoria técnica ao método NP 518:1986 cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C.....	155
Tabela 35 - Relatório da auditoria ao método NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.	161
Tabela 36 - Relatório da auditoria ao método PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO ₂ . Método Monier-Williams.	167

Tabela 37 - Relatório da auditoria ao método PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.	175
Tabela 38 - Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.....	183
Tabela 39 - Relatório da auditoria ao método PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.	191

Lista de Abreviaturas

AOAC - *Association of Official Analytical Chemists*

C – Conformidade

CQ - Controlo da Qualidade

DPCS – *Daily process control samples*

DQ – Departamento da Qualidade

ECI's – Ensaios de comparação interlaboratorial

EGI - Sociedade de Engenharia e Gestão de Qualidade Industrial

EMA – Erro máximo aceitável

EN – *European Standard*

FCUP - Faculdade de Ciências da Universidade do Porto

FQ - Físico-química

IEC – *International Electrotechnical Commission*

IPAC – Instituto Português de Acreditação

IQ – Impresso da Qualidade

ISO – *International Organization for Standardization*

LD – Limite de deteção

LQ – Limite de quantificação

MIA - Métodos instrumentais de análise

MQ - Manual da qualidade

MRC – Materiais de referência certificados

NA – Não aplicável

NC – Não conformidade

NP – Norma Portuguesa

OMS – Organização Mundial de Saúde

PAFQ – Procedimento de Análise Físico-Química

PAM – Procedimentos de Análise Microbiológica

PCE – Procedimento de Calibração/Verificação do Equipamento

PCQ – Procedimentos de Controlo da Qualidade

PEQ – Procedimento de Utilização do Equipamento

PGL - Procedimentos Gerais do Laboratório

PGQ – Procedimento de Gestão da Qualidade

PME – Procedimentos de Manutenção do Equipamento

RT – Responsável Técnico

SG - Sistema de Gestão

SGQ – Sistema de Gestão da Qualidade

SI – Sistema Internacional de Unidades

SPQ - Sistema Português de Qualidade

UC – Unidade Curricular

1. Introdução

O presente relatório apresenta o trabalho desenvolvido no âmbito da Unidade Curricular (UC) de Estágio, do Mestrado em Bioquímica da Faculdade de Ciências da Universidade do Porto (FCUP). O estágio teve lugar no Departamento da Qualidade (DQ) da Silliker Portugal, S.A., sob a orientação do Eng.º André Oliveira, responsável da qualidade da Silliker Portugal e do professor Doutor Nuno Mateus, docente da FCUP.

O trabalho realizado teve como principais objetivos a realização de auditorias técnicas num laboratório de análises químicas dos alimentos, a aquisição de competências no âmbito da gestão da qualidade e requisitos inerentes a um laboratório acreditado de acordo com a NP EN ISO/IEC 17025. O estágio promoveu a integração em ambiente industrial e a aquisição de novos conhecimentos, que permitem desenvolver a capacidade de adaptação a novas situações em contexto profissional.

1.1. A empresa

O estágio curricular decorreu na Silliker Portugal, S.A., uma empresa sediada no concelho de Vila Nova de Gaia, que presta serviços no setor agroalimentar⁽¹⁾.

Fundada em julho 1992, com a designação de EGI - Sociedade de Engenharia e Gestão de Qualidade Industrial Lda., passou a integrar o Sistema Português da Qualidade (SPQ) através da acreditação do laboratório em 1993 (Certificado nº L0087). Para cumprir com rigor as necessidades dos clientes, os trabalhos são realizados de acordo com as suas exigências e segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025 em vigor ⁽²⁾.



Figura 1 - Instalações da Silliker Portugal S.A.

Em 2008 passou a ser designada por Silliker Portugal S.A. após parte da empresa ter sido adquirida pela multinacional Silliker ⁽²⁾.

Atualmente, a Silliker Portugal pertence ao grupo Mérieux NutriSciences, que está presente com cerca de 80 laboratórios acreditados, de acordo com a ISO/IEC 17025, em 21 países ⁽²⁾.



Figura 2 – Presença global do grupo Mérieux NutriSciences.

A empresa oferece uma vasta gama de serviços, nomeadamente análises físico-químicas, microbiológicas e sensoriais, auditorias, consultadoria, formação, investigação e tecnologia, rotulagem e legislação. Todos os serviços oferecidos pela Silliker podem ser consultados com maior detalhe no anexo I ⁽¹⁻³⁾.

O laboratório de química é responsável pela identificação de aditivos, realização de análises nutricionais dos alimentos, controlo do risco de alergénios, determinação de contaminantes e quantificação de vitaminas. Está dividido em duas unidades independentes, o laboratório de físico-química (FQ), onde se efetuam ensaios de química clássica, e o laboratório de métodos instrumentais de análise (MIA), onde se realizam ensaios que recorrem a técnicas cromatográficas e espectrofotométricas ⁽¹⁾.

O laboratório de microbiologia é constituído por uma equipa de especialistas que presta serviços relacionados com a microbiologia alimentar. Executam, entre outros, ensaios qualitativos e quantitativos, contagem de microrganismos indicadores e identificação de microrganismos patogénicos ^(1, 2).

Para alcançar os objetivos visados através da aplicação do sistema de gestão (SG), a empresa possui uma estrutura organizada, com a autoridade e as responsabilidades de cada elemento perfeitamente definidas. Esta estrutura pode ser observada no seguinte organigrama (Figura 3) ⁽¹⁾.

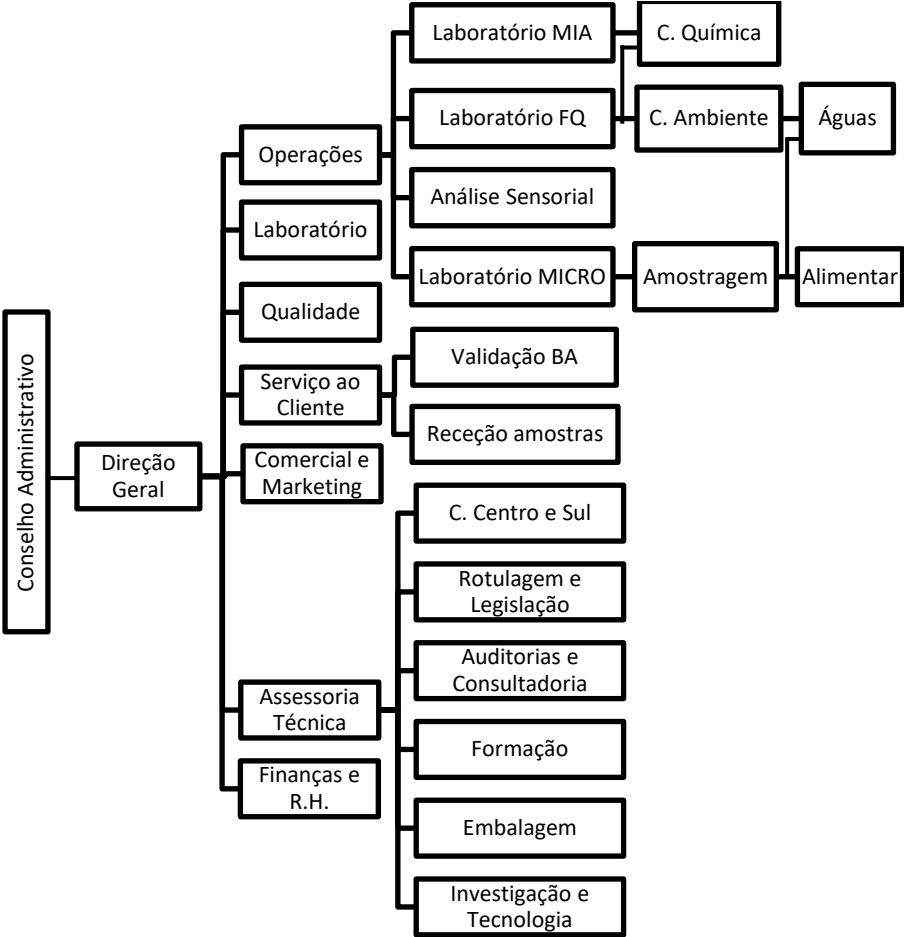


Figura 3 - Organigrama da estrutura da Silliker Portugal S.A.

1.2. Enquadramento do trabalho

A alimentação é um importante fator para a saúde e bem-estar da população. Os alimentos são constituídos por macronutrientes (proteínas, hidratos de carbono e lípidos) e micronutrientes (vitaminas e minerais), que apresentam funções específicas e necessárias para assegurar as funções vitais do organismo ^(4, 5). Por outro lado, os alimentos também poderão ser reservatórios ou veículos de agentes biológicos, físicos e químicos, que põe em risco a saúde do consumidor ^(6, 7).

As doenças transmitidas através dos alimentos ganharam mediatismo e despertaram a atenção do consumidor e das entidades reguladoras, o que fez com que a qualidade e a segurança alimentar alcançassem cada vez mais importância nos últimos anos ⁽⁸⁻¹⁰⁾. Segundo a Organização Mundial de Saúde (OMS), cerca de 2 milhões de mortes anuais, em todo o mundo, são devido a doenças relacionadas com água e alimentos contaminados ⁽¹¹⁾.

A segurança e a qualidade permitem a melhoria da competitividade das empresas, no entanto, a qualidade apresenta um carácter voluntário enquanto que a segurança apresenta um carácter obrigatório (Figura 4) ⁽¹²⁻¹⁴⁾.

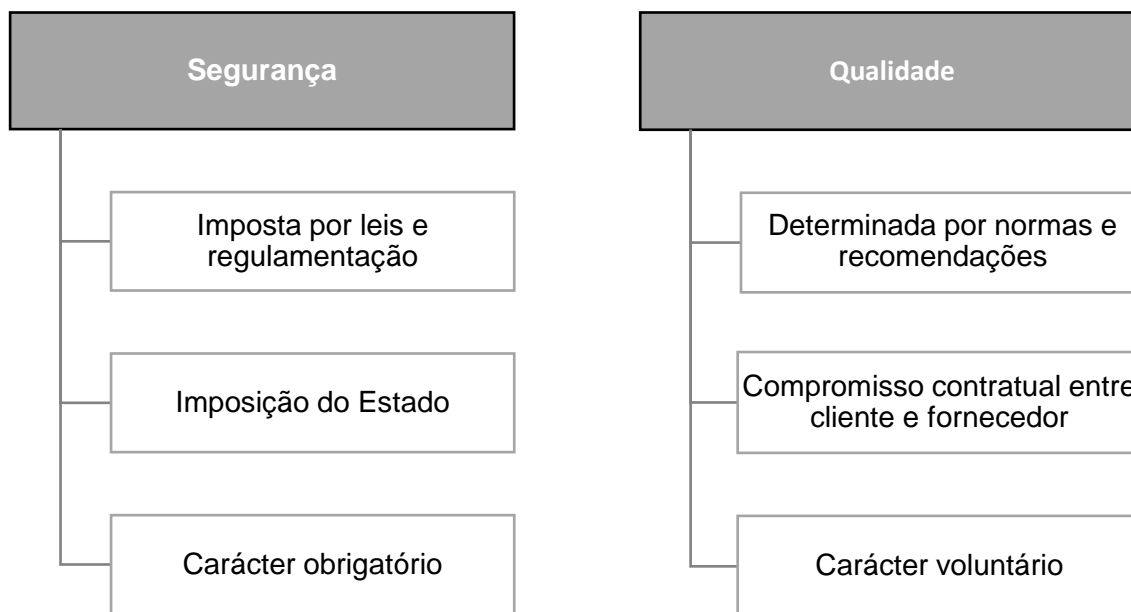


Figura 4 - Diferenças entre segurança e qualidade.

Segundo a definição apresentada na ISO 22000:2005, a segurança alimentar é o “conceito de que um género alimentício não causará dano ao consumidor quando preparado e/ou ingerido de acordo com a utilização prevista”⁽¹⁵⁾.

O conceito de qualidade possui uma grande variedade de definições. Cada autor ou organização procura definir a qualidade de forma coesa e aplicável a todos os setores empresariais. A norma ISO 9000 define qualidade como o “grau no qual um conjunto de características inerentes satisfaz a requisitos”^(16, 17).

A qualidade, tal como a sua gestão, são conceitos que estão presentes na sociedade desde os seus primórdios. Com o passar do tempo a qualidade apresentou-se como uma ferramenta de diferenciação de serviços e produtos, o que permite que uma empresa consolide a sua posição no mercado⁽¹⁸⁾.

Em 2011, a contaminação de sementes germinadas, na Alemanha, pela bactéria *Escherichia coli* provocou mais de 40 mortos e custou cerca de 1,2 mil milhões de euros aos agricultores e à indústria agroalimentar do país⁽¹⁹⁾. É, então, necessário que se realizem análises (químicas e microbiológicas) aos alimentos de modo ao garantir que cumprem os regulamentos de segurança, antes da sua entrada no mercado^(20, 21).

As análises realizadas aos alimentos devem ser rigorosas e fiáveis. De modo a garantir que os serviços prestados pelos laboratórios apresentam níveis aceitáveis de qualidade foi necessário desenvolver normas e guias de referência que definem os requisitos de gestão e técnicos que devem ser cumpridos. Após a implementação das diretrizes definidas nestes documentos e a sua avaliação, pelo Instituto Português de Acreditação (IPAC), é reconhecida a competência do laboratório⁽²²⁾.

A NP EN ISO/IEC 17025 apresenta os requisitos que um laboratório de ensaios e/ou calibração deve cumprir para demonstrar que gere um Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ), que é tecnicamente competente e que produz resultados tecnicamente válidos^(18, 23).

Na União Europeia existe um organismo nacional de acreditação por país. Em Portugal, a acreditação dos laboratórios está a cargo do IPAC. Para que um laboratório obtenha a acreditação é necessário que cumpra os requisitos definidos na NP EN ISO/IEC 17025. Além disso, o guia do IPAC para a acreditação de laboratórios químicos faz referência a 4 critérios fundamentais que também devem ser cumpridos. Estes critérios são referentes à calibração de equipamentos de medição física, à calibração analítica, ao controlo da qualidade (CQ) em análises químicas e aos resultados das análises^(18, 24).

As auditorias são um dos requisitos de gestão da NP EN ISO/IEC 17025 e apresentam-se como uma parte importante do CQ de uma empresa. Estas, podem ser

divididas em três tipos: auditorias de primeira, segunda e terceira parte. As auditorias técnicas são auditorias de primeira parte, que têm o objetivo de garantir o sucesso e o rigor dos ensaios ⁽¹⁸⁾.

2.Acreditação

A acreditação consiste no reconhecimento da competência técnica de entidades para exercer atividades específicas de avaliação da conformidade ⁽²⁵⁻²⁷⁾. O reconhecimento da competência técnica, por parte de um organismo autorizado, é evidenciado sob a forma de um certificado que descreve o âmbito de acreditação ⁽²⁷⁾.

A acreditação tornou-se uma vantagem competitiva, uma vez que um laboratório acreditado transmite uma confiança acrescida, visto que está organizado segundo os requisitos de gestão e técnicos mais adequados ⁽²³⁾. As vantagens da acreditação podem ser de ordem organizacional, técnicas, éticas ou de mercado (Tabela 5) ⁽²³⁾:

Tabela 1 - Vantagens da acreditação.

Vantagens	Descrição
Organizacionais	<ul style="list-style-type: none">• Constante revisão do Sistema da Qualidade• Organização mais sustentável• Aumento do segurança dos trabalhadores• Aumento da confiança dos (potenciais) clientes
Técnicas	<ul style="list-style-type: none">• Garantia de que se dispõe de pessoal competente, instalações e equipamento adequados• Garantia de que recorre a métodos validados para realizar os seus ensaios/calibrações• Constante revisão dos procedimentos operacionais• Capacidade de evidenciar a qualidade dos resultados
Éticas	<ul style="list-style-type: none">• Imparcialidade no processo de obtenção de resultados• Garantia de confidencialidade
Mercado	<ul style="list-style-type: none">• Imagem de qualidade que o laboratório passa a transmitir• Capacidade de responder a um mercado mais exigente

No entanto, a acreditação acarreta algumas dificuldades que são reflexo do nível

de exigência mais elevado. A implementação de um Sistema da Qualidade ao nível da acreditação apresenta um conjunto de dificuldades, comuns aos vários tipos de laboratório⁽²³⁾:

- Esforço financeiro;
- Volume documental;
- Rotina de trabalho mais exigente.

A acreditação e a certificação são atividades distintas, A certificação é uma das atividades de avaliação da conformidade, enquanto que a acreditação é o reconhecimento da competência para exercer atividades de avaliação da conformidade, por exemplo, reconhecimento para certificação ⁽²⁸⁾.

O Sistema da Qualidade (SQ) abrange três ramos importantes, que servem de base ao propósito da acreditação (estrutura organizacional, documental e funcional) ⁽¹⁸⁾.

O processo de acreditação pode ser dividido em três fases: análise da candidatura, avaliação e decisão ⁽²⁹⁾. Após a conclusão do processo, o laboratório passa a ter o estatuto de entidade acreditada e pode utilizar a marca de acreditação nos seus boletins analíticos ou certificados de calibração ⁽¹⁸⁾. No entanto, a obtenção da acreditação não é permanente, o laboratório passa a estar sujeito a um ciclo de auditorias de acompanhamento para que mantenha o estatuto de laboratório acreditado ⁽³⁰⁾.

A acreditação segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025 prova que o organismo é tecnicamente competente e que produz resultados (tecnicamente) válidos ⁽²⁹⁾.

Na União Europeia, existe apenas um organismo de acreditação por país. Em Portugal, o IPAC é o organismo responsável pela acreditação, atuando como agente regulador dos organismos de avaliação da conformidade ⁽²⁹⁾.

Como referido anteriormente, o guia do IPAC para acreditação de laboratórios que efetuem ensaios químicos faz referência a 4 critérios fundamentais que devem ser cumpridos para que um laboratório passe a ter o estatuto de entidade acreditada ⁽²⁴⁾:

1. Calibração de equipamentos de medição física **(2.1)**;
2. Calibração analítica **(2.2)**;
3. Controlo da qualidade em análises químicas **(2.3)**;
4. Resultados das análises químicas **(2.4)**.

2.1. Calibração de equipamentos de medição física

O Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) define calibração como a “operação que estabelece, sobre condições especificadas, num primeiro passo, uma relação entre os valores e as incertezas de medição fornecidos por padrões e as indicações correspondentes com as incertezas associadas; num segundo passo, utiliza esta informação para estabelecer uma relação visando a obtenção dum resultado de medição a partir duma indicação” ⁽³¹⁾.

O equipamento utilizado pelo laboratório deve atingir a exatidão exigida e cumprir com as especificações relevantes para a realização dos ensaios. Devem ser definidos critérios de aceitação/rejeição (máximos e mínimos aceitáveis) que permitam analisar os resultados das calibrações ^(18, 32).

A calibração de equipamentos usados para medições de grandeza física (balanças, material volumétrico e termómetros ou controladores de temperatura) pode ser executada no próprio laboratório ou externamente, por uma entidade acreditada ⁽²⁷⁾.

O laboratório deve definir a periodicidade da calibração dos equipamentos (que tenham impacto significativo sobre os resultados) de acordo com as suas características, frequência de utilização e com base na experiência de calibrações anteriores ^(18, 24).

A calibração instrumental consiste na calibração, relativa a grandezas físicas, efetuada no equipamento de medição e ensaio. Deve ser realizada sempre que a norma o exija ou quando tenha influência direta no resultado ⁽²⁴⁾.

2.2. Calibração analítica

A calibração analítica é efetuada com recurso a materiais de referência (MR) ou padrões químicos, geralmente por intermédio de uma reta/curva de calibração ⁽²⁴⁾.

Existem diferentes formas de calibração analíticas ⁽²⁴⁾:

- Reta de calibração
- Adição de padrão
- Enquadramento
- Padrão interno
- Padrão externo

- Fator de resposta

O laboratório é responsável por definir critérios de escolha e aplicabilidade para determinar qual a opção mais adequada para os diferentes casos ⁽²⁴⁾. Devem ser estabelecidos critérios de aceitação para as calibrações obtidas ⁽³²⁾.

A calibração analítica deve ser acompanhada com um programa de CQ, sendo necessário combinar com outras técnicas como a utilização de amostras diárias de controlo do processo (*Daily Process Control Samples – DPCS*) ⁽³²⁾.

Os reagentes/solventes/soluções utilizados devem possuir pureza e estabilidade adequadas à qualidade dos resultados exigida ⁽³²⁾.

Regra geral, a calibração analítica deve seguir a periodicidade indicada na respetiva norma. No entanto, alguns sistemas analíticos são bastante estáveis, quando devidamente aplicados e controlados. Nestes casos, a periodicidade das calibrações deverá estar definida e fundamentada ^(18, 32).

O limite de quantificação (LQ) e o limite de deteção (LD) formam os limiares analíticos dos métodos, sendo essenciais na determinação da capacidade analítica das determinações quantitativas e qualitativas ^(24, 33).

O LD corresponde ao valor mínimo da grandeza de medida a partir do qual é possível detetar a presença do analito em questão com uma dada confiança estatística. Ou seja, é a quantidade mais pequena de substância analisada que pode ser detetada numa amostra, mas não necessariamente quantificado o valor exato ⁽³⁴⁾.

O LQ corresponde à menor concentração a partir da qual é possível quantificar o analito, com uma determinada exatidão e precisão. Após a sua determinação, deve ser testado ⁽³⁴⁾.

O LQ e o LD podem ser determinados a partir de três métodos ⁽²⁴⁾:

1. Razão sinal/ruído (experimentalmente);
2. Ensaios com um branco ou padrão e calculada a média e desvio padrão (experimentalmente);
3. Estatística dos mínimos quadráticos da reta de calibração (teoricamente).

2.3. Controlo da qualidade em análises químicas

Para garantir e melhorar a eficácia do SGQ adotado é necessário minimizar o erro, a que estão sujeitas as análises químicas, e controlar a sua ocorrência ⁽¹⁸⁾. O laboratório deve recorrer ao CQ interno e externo para avaliar periodicamente a exatidão dos resultados ⁽²⁴⁾.

2.3.1. Controlo da Qualidade Externo

O CQ externo compreende o uso de Materiais de Referência Certificados (MRC) e a participação em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ^(18, 24).

O **MRC** é um material acompanhado de documentação, emitida por uma entidade certificadora qualificada, que fornece os valores de uma ou mais propriedades especificadas e as incertezas e rastreabilidade associadas, utilizando procedimentos válidos ^(35, 36).

Estes materiais estabelecem a rastreabilidade das medições químicas e possibilitam controlar a exatidão do ensaio. Devem ser utilizados durante a fase inicial da validação ou implementação dos métodos e na sua utilização quotidiana ⁽²⁴⁾.

Os **ECI's** consistem na “organização, realização e avaliação de medições ou ensaios do mesmo item por dois ou mais laboratórios, de acordo com condições pré-definidas” ⁽³⁷⁾. Estes ensaios permitem validar novos métodos, realizar a manutenção de competências de analistas e avaliar o desempenho da empresa ⁽²⁴⁾.

Existem vários tipos de ensaios interlaboratoriais, sendo que o laboratório deve optar por ensaios de aptidão para avaliar o desempenho dos participantes. Os ensaios de aptidão possibilitam a “avaliação do desempenho dos participantes face a critérios pré-estabelecidos, por meio de comparações interlaboratoriais” ^(24, 37).

2.3.2. Controlo da Qualidade Interno

O laboratório pode recorrer a Materiais de Referência Internos (MRI), técnicas complementares de CQ de resultados e tratamento estatístico de dados para realizar o CQ interno ⁽³²⁾.

Os **MRI** são materiais estáveis a médio ou longo prazo e que apresentem lotes homogéneos, que permitem controlar a exatidão e precisão/fidelidade, exigida aos resultados, ao longo do tempo. A frequência da utilização de MRI deve aumentar quando não existem MRC ou circuitos de ECI's adequados ao método e quando não forem utilizados outras ferramentas de controlo da precisão/fidelidade a médio ou longo prazo ⁽²⁴⁾.

As **técnicas complementares de CQ** de resultados incluem:

- **Branco:** A análise de brancos em paralelo com as amostras é importante nas metodologias propícias a contaminações e fundamental nas gamas de baixa concentração. Esta metodologia deve ser reforçada com a verificação periódica do LQ, sendo que a sua frequência deve aumentar quando há probabilidade de contaminações, proximidade da gama de baixa concentração e instabilidade do sinal de fundo ⁽²⁴⁾.
- **Replicados:** Os replicados consistem na realização de ensaios sobre duas ou mais tomas da mesma amostra e submetidas em separado a todo o processo analítico. As análises em replicado devem ser realizadas com uma frequência de 5 a 10% do total das análises de uma série de trabalho ⁽³⁶⁾. Esta ferramenta é fundamental na deteção de erros acidentais e no controlo da repetibilidade. No entanto, não garantem uma maior exatidão do resultado final devido à possibilidade da ocorrência de erros sistemáticos ⁽²⁴⁾.
- **Amostras cegas:** São amostras cujo teor dos analitos analisados não são conhecidos pelos analistas que efetuam os ensaios, mas apenas pelos seus supervisores. Para a realização destes ensaios, podem ser utilizadas amostras excedentes de clientes, de ECI's, de DPCS e de materiais de referência. Esta ferramenta é importante na determinação da precisão e exatidão de um método e na qualificação/manutenção de competências dos analistas ⁽²⁴⁾.
- **Ensaio de recuperação e fortificação de amostras:** A fortificação de amostras e os ensaios de recuperação são relevantes no caso de amostras desconhecidas ⁽²⁴⁾.

A fortificação das amostras tem como objetivo controlar as perdas, contaminações ou despistar interferentes, através da adição do parâmetro de interesse ou um provável interferente. O método da adição de padrão deve ser utilizado em determinações na presença de interferentes de matriz (24).

As cartas de controlo possibilitam verificar tendências e realizar o **tratamento estatístico dos resultados**. Esta forma de controlo estatístico deve ser utilizada para expor de forma clara, fácil e eficiente os resultados das ações de CQ, ajudando a detetar erros e tendências (24, 32).

Podem ser utilizadas cartas de controlo para registar os resultados obtidos na análise de brancos, MRI, padrões de calibração, desvio entre duplicados, repetição de amostras, recuperação de adição e dados relativos a parâmetros instrumentais ou de calibrações (24). A figura 5 apresenta um exemplo de uma carta de controlo utilizada pela Silliker Portugal para a verificação intermédia dos equipamentos.

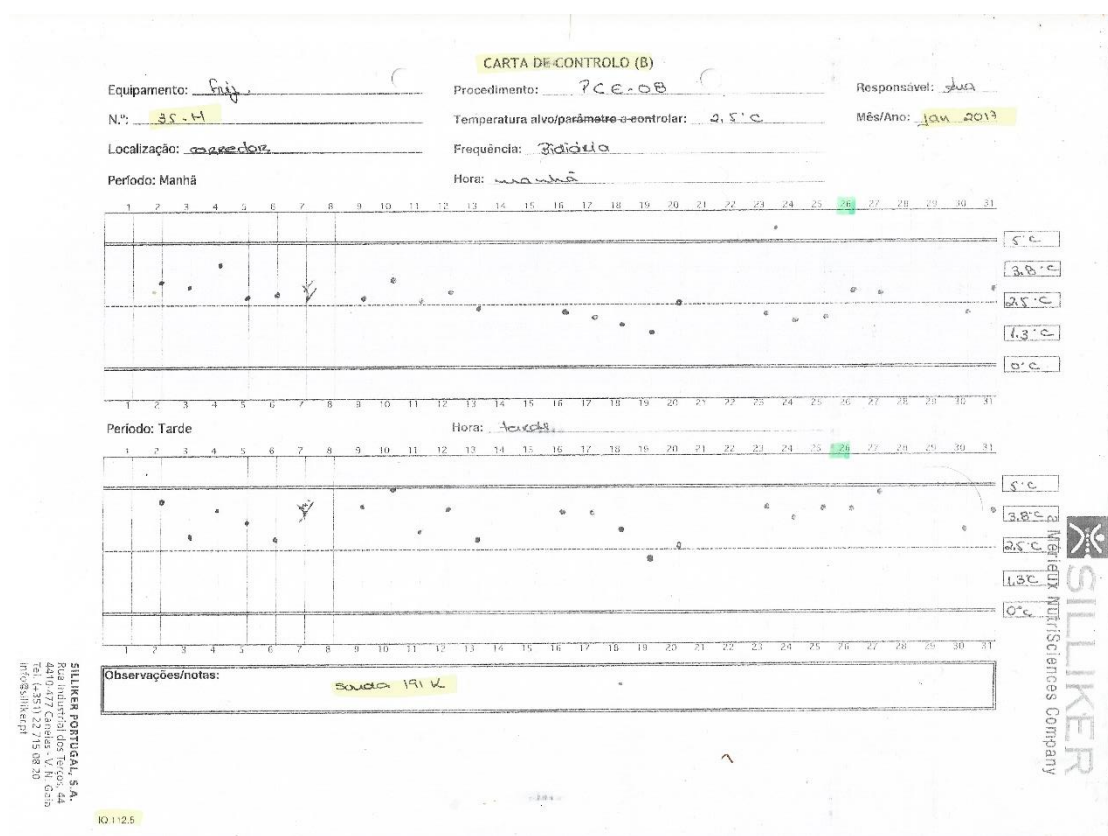


Figura 5 - Exemplo de uma carta de controlo utilizada na Silliker Portugal

Existem vários tipos de cartas de controlo (cartas de Shewart de médias ou individuais, de amplitude, cumulativas), sendo que a sua seleção deve estar de acordo com

as ações de CQ adotadas e as características que se pretendem controlar ⁽²⁴⁾.

2.4. Resultados em análises químicas

Os resultados devem ser apresentados de forma clara, exata e de fácil compreensão, na forma de Relatório de Ensaio ou Boletim Analítico ^(24, 38). Os resultados emitidos devem passar por uma validação técnica realizada por pessoal devidamente qualificado ⁽³⁹⁾.

O laboratório é responsável por definir os critérios para selecionar o número de algarismos significativos e as unidades de medida que vão ser apresentados ao cliente ⁽²⁴⁾. Os critérios para a escolha do número de algarismos significativos e unidades de medida são os seguintes ^(24, 40):

- Coerência com a legislação em vigor ou com as normas de ensaios
- Incerteza associada ao resultado
- Requisitos do cliente

No caso de resultados inferiores ao Limite de Quantificação (LQ), deve ser indicado qual o valor estabelecido para o respetivo limite ⁽²⁴⁾.

Para resultados (A) obtidos pela soma de resultados individuais ($A = X + Y + Z$), em que pelo menos um dos resultados é quantificável ⁽²⁴⁾:

Em que:

$$X = 2 \text{ mg/L}$$

$$Y = 10 \text{ mg/L}$$

$$Z < 5 \text{ mg/L (LQ)}$$

- Ignorar os resultados inferiores ao LQ: $A (= 2 + 10) = 12 \text{ mg/L}$
- Sob a forma de intervalo: $12 \text{ mg/L} < A \leq 17 \text{ mg/L}$
- Considerar o valor inferior ao LQ: $A (= 2 + 10 + 5) = 17 \text{ mg/L}$

Para resultados (B) obtidos pela soma de resultados individuais ($B = X + Y + Z$), em que todos os resultados são inferiores ao LQ ⁽²⁴⁾:

Em que:

$$X < 1 \text{ mg/L (LQ)}$$

$$Y < 2 \text{ mg/L (LQ)}$$

$$Z < 5 \text{ mg/L (LQ)}$$

- Soma dos três resultados: $B (= 1 + 2 + 5) < 8 \text{ mg/L}$
- Resultado mais elevado: $B < 5 \text{ mg/L}$

A escolha da apresentação dos resultados deve respeitar o determinado na legislação ou norma/procedimento de ensaio. O Boletim Analítico deve conter a informação sobre o modo como foi calculado o resultado apresentado ^(24, 39).

3.NP EN ISO/IEC 17025:2005

A NP EN ISO/IEC 17025:2005 (Requisitos gerais de competências para laboratórios de ensaio e calibração) é um referencial normativo que regulamenta a acreditação de laboratórios de ensaios e/ou calibrações. Aplica-se a entidades que levem a cabo estes trabalhos, estando indicada para todos os laboratórios, sem ter em conta o número de colaboradores ou a extensão do âmbito das suas atividades (de ensaios e/ou calibrações) ^(8, 18).

A norma tem como objetivo especificar os requisitos gerais de competências para executar ensaios e/ou calibrações segundo de métodos normalizados, não normalizados e desenvolvidos pelo próprio laboratório ⁽¹⁸⁾.

Um laboratório acreditado pode realizar métodos que não sejam acreditados. Quando o método realizado não se encontra acreditado os requisitos desta norma não lhe são aplicados obrigatoriamente. Cabe ao laboratório optar pelo cumprimento voluntário dos requisitos normativos, como forma de evidência de controlo ^(18, 28).

Um laboratório que cumpra os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025 apresenta um SGQ (para as atividades de ensaio e calibração) que também satisfaz os princípios da norma ISO 9001 ^(8, 18).

A sua aplicação vai facilitar a colaboração e a troca de informação e experiência entre laboratórios e, ainda, o aperfeiçoamento de normas e procedimentos ⁽¹⁸⁾.

É importante referir que os requisitos regulamentares e de segurança para o funcionamento do laboratório não estão abrangidos neste referencial normativo ⁽¹⁸⁾.

A estrutura e organização da NP EN ISO/IEC 17025 mostra a preocupação com a qualidade, uma vez que reúne a competência técnica dos laboratórios (Guia ISO/IEC 25 e a norma EN 45001 – substituídos por este referencial normativo) e os requisitos para sistemas de gestão da qualidade (ISO 9001:2000). Assim, a norma está dividida em requisitos de gestão e requisitos técnicos, que são depois divididos em várias alíneas (Tabela 1) ^(18, 23):

Tabela 2 - Requisitos do referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025:2005.

Os requisitos de gestão	Requisitos técnicos
<ul style="list-style-type: none"> • Organização. • Sistema de gestão. • Controlo de documentos. • Análise de consultas, propostas e contratos. • Subcontratação de ensaios e calibrações. • Aquisição de produtos e serviços. • Serviço ao cliente. • Reclamações. • Controlo de trabalhos de ensaio não-conforme. • Melhoria. • Ações corretivas. • Ações preventivas. • Controlo de registos. • Auditorias internas. • Revisões pela gestão. 	<ul style="list-style-type: none"> • Generalidades. • Pessoal. • Instalações e condições ambientais. • Métodos de ensaio e calibração e validação dos métodos. • Equipamento. • Rastreabilidade das medições. • Amostragem. • Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar. • Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração. • Apresentação de resultados.

3.1. Requisitos de gestão

A NP EN ISO/IEC 17025:2005 enumera 15 requisitos de gestão ⁽¹⁸⁾.

3.1.1. Organização

O laboratório ou a entidade onde se insere deve ser detentora de personalidade jurídica própria e comprovar a sua existência legal através de um documento apropriado. Deve evidenciar que são cumpridos os requisitos normativos aplicáveis à sua área de atividade (acreditada e a acreditar), as condições exigidas pelo cliente, pela entidade regulamentadora e organizações que efetuam o reconhecimento ⁽¹⁸⁾.

A organização deve garantir que o pessoal do laboratório encontra-se livre de pressões internas ou externas e evitar eventuais situações de conflito de interesses. Deve, ainda, evidenciar que todo o seu pessoal está vinculado ao sigilo profissional, por exemplo, através de termos de confidencialidade ^(18, 27).

O trabalho realizado nas instalações fixas, móveis, temporárias e no exterior deve estar incluído no Sistema de Gestão (SG) ⁽¹⁸⁾.

O laboratório deve possuir um organigrama funcional ou documento equivalente, que especifique a organização interna do laboratório e a integração dos órgãos responsáveis pela Qualidade na estrutura do laboratório. As funções e as responsabilidades devem ser delegadas de forma clara ^(18, 23).

A empresa deve incluir, no seu pessoal efetivo ou contratado ⁽²³⁾:

- Um diretor do laboratório (responsável máximo do laboratório).
- Um diretor técnico (responsável pela componente técnica do laboratório).
- Um diretor financeiro (responsável pela componente financeira do laboratório).
- Um gestor da qualidade (implementação do SQ e a otimização e sustentabilidade do mesmo).
- Técnicos de controlo da qualidade (execução dos ensaios).
- Auxiliares (limpeza, receção de materiais, amostras e reagentes).

A figura 6 apresenta um organigrama de como se encontram, habitualmente, hierarquizados os cargos referidos ⁽²³⁾.

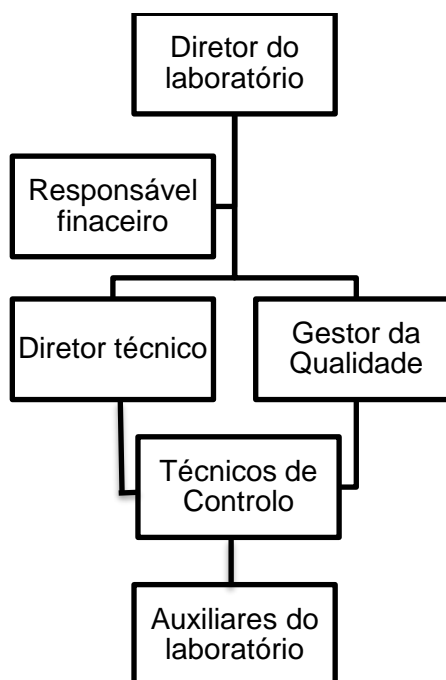


Figura 6 - Organograma genérico de um laboratório acreditado

3.1.2. Sistema de gestão

O sistema de gestão (SG) abrange a estrutura organizacional, as responsabilidades, os recursos do laboratório, os métodos e os documentos. A gestão de topo é responsável por estabelecer, implementar e manter um SG adaptado às suas atividades. O SG deve ser revisto para garantir que o mesmo permanece eficaz e, quando necessário, aplicar medidas para o melhorar ^(18, 27).

Para assegurar a qualidade dos resultados dos ensaios, das calibrações realizadas pelo laboratório e a satisfação dos clientes, todos os seus documentos devem apresentar uma linguagem acessível de modo a ser compreendida por quem os utiliza ⁽¹⁸⁾.

As políticas do sistema de gestão relacionadas com a qualidade devem estar estabelecidas num manual da qualidade (MQ), publicado sob a autoridade da gestão de topo. O MQ deve estar estruturado de forma a tornar claro para terceiros o funcionamento e a organização do laboratório ^(1, 27).

3.1.2.1. Sistema de Gestão da Silliker Portugal

Um SG documentado é um pré-requisito para a acreditação de um laboratório segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025 ⁽⁴¹⁾. Na Silliker Portugal, as políticas de gestão da qualidade encontram-se documentadas no MQ da empresa ⁽¹⁾.

A política de gestão abrange todas as atividades da empresa e está devidamente documentada ⁽¹⁸⁾. O SGQ encontra-se estruturado de acordo com a seguinte pirâmide documental ilustrada na figura 7.

O MQ da empresa relata a estrutura documental utilizada no SG, apresentando a empresa, a sua política da qualidade e define os objetivos dos requisitos de SG. Os Procedimentos de Gestão da Qualidade e os Procedimentos de Controlo da Qualidade são documentos do SG com o objetivo de descrever a aplicação dos requisitos do SG no laboratório. Os Procedimentos Gerais do Laboratório descrevem as regras de funcionamento do laboratório enquanto que os Procedimentos Relativos ao Ensaio Laboratoriais descrevem o modo de realização dos mesmos. Os Procedimentos relativos ao Equipamento são documentos que descrevem o modo de funcionamento, manutenção e calibração dos aparelhos ^(1, 42).

Os registos, impressos e outros documentos constituem o suporte para a sistematização e organização dos registos do sistema da qualidade ⁽¹⁾.

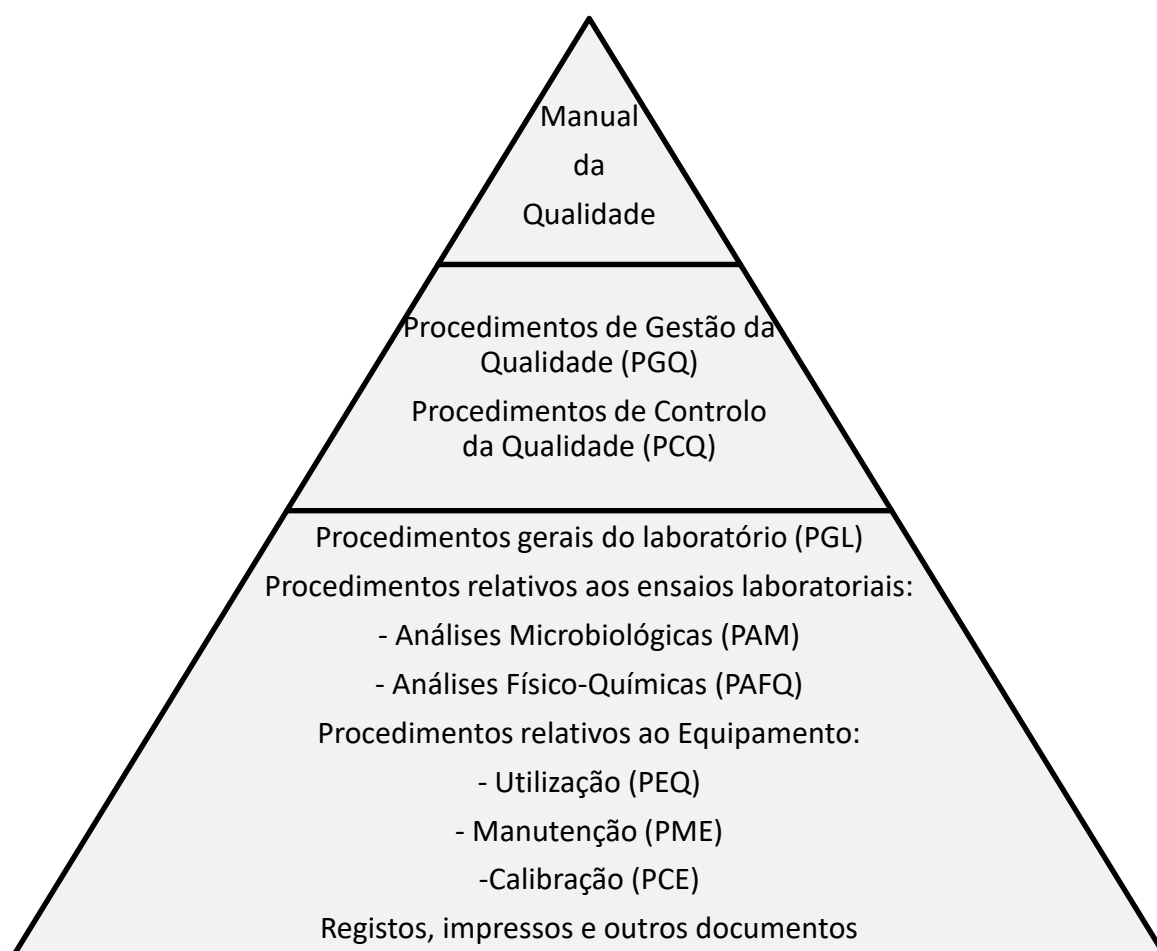


Figura 7 - Pirâmide Documental da Silliker Portugal

A Matriz de relação entre o referencial normativo NP EN ISO/IEC e o SG da empresa pode ser observado na tabela 2 ⁽¹⁾.

Tabela 3 - Matriz de relação entre o referencial normativo NP EN ISO/IEC e o SG da empresa.

Requisitos de gestão da norma	Documentação de suporte do Sistema de gestão
Organização	MQ (Manual da Qualidade)
Sistema de Gestão	MQ; PGQ.1; PGQ.03
Controlo dos documentos	MQ; PGQ.03
Análise de consultas, propostas e contratos	MQ; PGQ.06
Subcontratação de ensaios e calibrações	MQ; PGQ.11
Aquisição de produtos e serviços	MQ; PGQ.02; PCQ.23
Serviço ao cliente	MQ; PGQ.05; PGQ.06
Reclamações	MQ; PGQ.05
Controlo de trabalho de ensaio e/ou de calibração não conforme	MQ; PGQ.05
Melhoria	MQ; PGQ.18
Ações corretivas	MQ; PGQ.05
Ações preventivas	MQ; PGQ.05
Controlo de registos	MQ; PGQ.03
Auditorias internas	MQ; PGQ.13
Revisões pela gestão	MQ; PGQ.18
Requisitos de técnicos da norma	Documentação de suporte do Sistema de gestão
Generalidades	-
Pessoal	MQ; PGQ.1; PGL.19
Instalações e condições ambientais	MQ; PGQ.14; PGL.03; PGL.20; PGL.32
Métodos de ensaio e validação dos métodos	MQ; PGQ.03; PGQ.06; PCQ.33; PCQ.34
Equipamento	MQ; PGQ.02; PGQ.16; PCQ.29
Rastreabilidade das medições	MQ; PGQ.02; PGQ.16; PCQ.29
Amostragem	MQ; PGL.12; PGL.13
Manuseamento dos itens a ensaiar	MQ; PGQ.08
Garantir a qualidade dos recursos de ensaio	MQ; PGQ.08; PCQ.02; PCQ.04; PCQ.11; PCQ.13; PCQ.25; PCQ.29; PCQ.32; PCQ.33; PCQ.34
Apresentação dos resultados	MQ; PGQ.17

3.1.3. Controlo dos documentos

A empresa deve estabelecer e manter procedimentos para controlar todos os documentos que integram o SG, independentemente do tipo de suporte, papel ou digital ⁽⁴³⁾. Estes documentos devem ser revistos e aprovados antes da sua emissão e distribuição

pelo pessoal autorizado. Deve ser evidenciada uma lista de controlo de documentos com a indicação da revisão e da sua distribuição, de modo a impedir a utilização de documentos inválidos ou obsoletos ⁽¹⁸⁾.

A identificação dos documentos deve ser inequívoca, incluir a data de emissão e/ou a identificação da revisão, a numeração, número total de páginas ou uma marcação que assinala o fim do documento e a autoridade que o emitiu ⁽³²⁾.

Os documentos modificados devem ser revistos e aprovados pela mesma função que os reviu inicialmente. As alterações realizadas devem ser identificadas no próprio documento ou em anexo ^(18, 32, 43).

Caso o sistema de controlo dos documentos permita emendas manuscritas até que o documento seja reeditado, devem ser identificados os procedimentos a seguir e os responsáveis pelas retificações. Estas alterações devem ser devidamente assinaladas, rubricadas e datadas. No caso dos documentos em suporte informático, devem ser estabelecidos procedimentos para descrever como realizar e controlar as alterações realizadas ⁽¹⁸⁾.

3.1.4. Análise de consultas, propostas e contratos

O laboratório é responsável por instituir um procedimento com as políticas a seguir na análise de consultas, propostas e contratos, de forma a garantir que os contratos realizados satisfazem os requisitos do cliente e do laboratório ⁽⁴⁴⁾.

Durante o período de execução do contrato o laboratório deve manter os registos das análises e de contactos mantidos com os clientes relativos aos resultados do trabalho e aos seus requisitos ⁽¹⁸⁾.

O cliente deve ser informado caso o laboratório realize algum desvio em relação ao que está estipulado no contrato. Se existir necessidade de realizar alguma alteração ao contrato após o início dos trabalhos, deve ser realizada uma nova análise e comunicadas todas as alterações ao pessoal envolvido no processo ^(18, 32).

3.1.5. Subcontratação de ensaios e calibrações

A subcontratação consiste na execução de uma parte ou da totalidade dos procedimentos, que constituem o ensaio e calibração, por uma instituição que não esteja integrada no laboratório subcontratante ^(32, 45).

A empresa pode subcontratar trabalho por motivos imprevistos ou de modo continuado, desde que este trabalho seja realizado por um laboratório subcontratado

competente, ou seja, que atue em conformidade com a norma referente para o trabalho pretendido. No caso dos ensaios ou calibrações do âmbito da acreditação, é obrigatório que o laboratório subcontratado seja acreditado segundo a ISO 17025 ou ISO 15189 (no caso dos laboratórios de análises clínicas). Para ensaios e calibrações fora do âmbito da acreditação não é obrigatória a acreditação do laboratório subcontratado que presta o serviço ⁽¹⁸⁾.

Os registos de todos os subcontratos devem ser mantidos pelo laboratório, assim como os registos que evidenciam a conformidade com a norma referida ⁽³²⁾.

O cliente deve ser informado, por escrito, da subcontratação e, se necessário, aprová-la. Quando o subcontratado não é estipulado pelo cliente ou pela entidade regulamentadora, o laboratório é responsável, perante o cliente, pelo cumprimento dos requisitos contratuais do trabalho efetuado ^(18, 32, 42).

3.1.6. Aquisição de produtos e serviços

Para todos os produtos comprados, que influenciem a qualidade dos trabalhos, o laboratório deverá elaborar procedimentos para documentar os critérios de seleção, compra, receção, identificação e armazenamento dos reagentes, consumíveis e serviços relevantes para a qualidade dos ensaios efetuados ^(18, 46, 47).

Todos os produtos comprados, que influenciem a qualidade dos trabalhos realizados, devem ser inspecionados antes da sua utilização, de forma a assegurar que os produtos adquiridos estão em conformidade com os requisitos pré-definidos ⁽¹⁸⁾.

O laboratório deve avaliar a qualidade dos fornecedores, conservar o registo das avaliações e elaborar uma lista de quais os aprovados para o fornecimento de consumíveis, produtos e serviços críticos ⁽¹⁸⁾.

3.1.7. Serviço ao cliente

O laboratório deve demonstrar disponibilidade para atender às solicitações dos clientes, permitindo o esclarecimento de dúvidas ou a possibilidade de acompanhamento de todo o processo de realização dos trabalhos. Este acompanhamento deverá ter em conta as condições de segurança, a confidencialidade em relação a outros clientes e as condições operárias e ambientais necessárias para que os resultados sejam válidos ^(18, 48).

O laboratório deve procurar o *feedback* do cliente, independentemente de ser positivo ou negativo. As respostas obtidas devem ser analisadas e utilizadas para melhorar

o próprio serviço ao cliente, o SG e as atividades de ensaio ^(18, 32).

3.1.8. Reclamações

O laboratório é responsável por apresentar uma política e procedimentos para a resolução de reclamações que tem como objetivo providenciar as linhas de orientação para receber, avaliar, rastrear, documentar, resolver e monitorizar as reclamações apresentadas por clientes ou por terceiros ^(18, 49).

O laboratório deverá considerar as reclamações como oportunidades de melhoria. Estas devem ser tratadas e os reclamantes ser informados sobre a metodologia seguida para o seu tratamento ⁽³²⁾.

Os registos, investigações e ações corretivas de todas as reclamações devem ser conservados pelo laboratório ⁽¹⁸⁾.

3.1.9. Controlo de trabalho de ensaio e/ou de calibração não conforme

O trabalho não conforme deve ser registado, para que seja possível implementar uma ação corretiva capaz de eliminar a sua causa e impedir a sua recorrência ⁽⁴⁹⁾.

O laboratório é responsável por apresentar uma política e procedimentos com as metodologias a seguir no tratamento das não conformidades detetadas ⁽¹⁸⁾.

O cliente deve ser notificado e o trabalho reavaliado caso a não conformidade (NC) detetada tenha impacto no resultado final ^(18, 49).

Os procedimentos de ações corretivas definidos na NP EN ISO/IEC 17025 devem ser seguidos, de imediato, se a avaliação indicar a possibilidade de recorrência do trabalho não conforme ou se a conformidade do funcionamento do laboratório com os seus próprios procedimentos e políticas suscitar qualquer dúvida ⁽¹⁸⁾.

3.1.10. Melhoria

A melhoria contínua do seu SG é um dever do laboratório ⁽⁵⁰⁾. Esta melhoria é realizada com recurso à política da qualidade, aos objetivos da qualidade, aos resultados das auditorias realizadas, à análise de dados, às ações corretivas ou preventivas e à revisão pela gestão ^(18, 50).

O laboratório deve acompanhar de forma programada a avaliação da eficácia da

implementação dos projetos de melhoria e divulgar os resultados, com o intuito de motivar o pessoal envolvido ⁽¹⁸⁾.

3.1.11. Ações corretivas

As ações corretivas são realizadas com o objetivo de eliminar a causa de uma NC ou de outra potencial situação indesejável ⁽⁵¹⁾.

O laboratório deve nomear responsáveis com autoridade apropriada para a implementação das ações corretivas. Estas devem ser executadas sempre que sejam verificadas NC ou desvios em relação ao estabelecido nas normas e procedimentos do SG ou nas operações técnicas ⁽¹⁸⁾.

Para uma correta aplicação da ação corretiva, o laboratório deve realizar uma investigação para determinar a causa que deu origem à NC. Se existir a necessidade de implementar ações corretivas, o laboratório deve identificar e avaliar as potenciais possibilidades e selecionar as ações apropriadas à dimensão do problema. Após a sua implementação, o laboratório deve acompanhar os resultados, a fim de avaliar a eficácia das mesmas ^(18, 32, 51).

3.1.12. Ações preventivas

As ações preventivas pretendem eliminar a causa de uma potencial NC detetada ou de outra situação indesejável, de ordem técnica ou relativa ao SG ⁽⁵¹⁾.

As melhorias necessárias e as potenciais fontes de NC devem ser identificadas, após uma análise de causas cuidada. Devem ser desenvolvidos, implementados e acompanhados planos de ações preventivas, adequados à dimensão da potencial situação indesejável, para reduzir a possibilidade da ocorrência de uma NC e tirar partido das oportunidades de melhoria do sistema da qualidade ⁽¹⁸⁾.

Os procedimentos relativos às ações preventivas implementadas devem englobar o seu desencadear e a realização de controlos, visando assegurar a sua eficácia ⁽³²⁾.

3.1.13. Controlo de registos

O laboratório deve estabelecer um procedimento com regras, condições e responsabilidades para identificação, recolha, indexação, acesso, arquivo, armazenamento, manutenção e eliminação de todos os registos técnicos e da qualidade relevantes para o sistema de gestão (independentemente do tipo de suporte) ^(18, 43).

Os registos devem ser armazenados e conservados, durante um determinado período, em locais seguros, com garantia de confidencialidade, que permitam a recuperação do seu conteúdo com facilidade e garantia de um ambiente apropriado para a sua preservação ^(18, 32).

Deve ser criado um procedimento para proteger e fazer cópias de segurança dos registos apresentados em suporte eletrónico com o objetivo de evitar o acesso ou a realização de alterações não autorizadas ⁽¹⁸⁾.

3.1.14. Auditorias internas

A empresa deve realizar auditorias internas às suas atividades para verificar se as operações vão de encontro aos requisitos normativos aplicáveis ⁽⁵²⁾. O programa de auditorias internas deve abranger todos os elementos do sistema de gestão, incluindo as atividades de ensaio e/ou calibração. O gestor da qualidade é o responsável pelo planeamento e organização das auditorias, que devem ser efetuadas por pessoal devidamente qualificado e treinado ^(18, 52).

Quando as constatações da auditoria suscitam alguma dúvida sobre a eficácia das operações ou validade dos resultados obtidos, devem ser implementadas ações corretivas e, caso seja demonstrado que os resultados do laboratório tenham sido afetados, os clientes devem ser notificados ⁽¹⁸⁾.

3.1.15. Revisões pela gestão

A gestão de topo deve realizar, com periodicidade de um ano, uma revisão do SG e das atividades de ensaios ou calibrações, segundo um programa e procedimentos pré-definidos. Esta revisão tem como objetivo garantir a adequabilidade e a eficácia contínua do SG, através da introdução de alterações ou melhorias necessárias, dentro de um prazo acordado ^(18, 50).

Devem ser elaborados registos de todos os resultados das revisões pela gestão e das ações delas decorrentes, sendo aconselhável que as conclusões relevantes sejam divulgadas a todos os funcionários do laboratório ⁽¹⁸⁾.

3.2. Requisitos Técnicos

Os requisitos técnicos abrangem os assuntos relacionados com a formação e a capacidade técnica do pessoal do laboratório para a realização das suas atividades, assim como as especificações e qualidade técnica dos meios utilizados e dos resultados obtidos na realização dos ensaios. A NP EN ISO/IEC 17025:2005 enumera 10 requisitos técnicos (8, 18).

3.2.1. Generalidades

Os fatores humanos, instalações, condições ambientais, métodos de ensaio, validação de métodos, equipamentos, rastreabilidade das medições, amostragem e manuseamento das amostras a analisar determinam a exatidão e fiabilidade dos ensaios que o laboratório realiza. Estes fatores devem ser tidos em consideração na elaboração dos métodos de ensaio, na formação e qualificação do pessoal e na seleção e calibração do equipamento a utilizar (18, 32).

3.2.2. Pessoal

O laboratório é responsável por garantir a competência de todos os colaboradores que trabalham com equipamentos específicos, realizam ensaios, avaliam resultados e assinam relatórios de ensaio. O pessoal que ainda se encontra em formação deve ser supervisionado no decorrer do seu trabalho (18, 53).

Todos os colaboradores devem ser devidamente treinados e formados de acordo com os requisitos de desempenho estabelecidos para cada função. O programa de formação deve ser ajustado aos trabalhos atuais do laboratório e a eficácia das ações de formação avaliada após a sua implementação (18, 32).

O laboratório deve conservar e atualizar a descrição das funções de todo o pessoal que participa na realização dos ensaios. O registo das autorizações, competências, escolaridade, formação, perícia e experiência de todo o pessoal técnico deve ser mantido em local de fácil acesso e apresentar a data em que foi confirmado (18).

3.2.3. Instalações e condições ambientais

A empresa deve ser detentora instalações que permitam a correta realização dos ensaios. As condições ambientais não devem invalidar os resultados obtidos ou afetar a qualidade exigida para as medições ^(1, 18).

O laboratório deve monitorizar, controlar e manter os registos atualizados das condições ambientais, de acordo com o exigido nas especificações ou quando têm influência na qualidade dos resultados. Os ensaios devem ser interrompidos caso as condições ambientais comprometam os resultados dos mesmos ^(18, 32).

3.2.4. Métodos de ensaio e calibração e validação dos métodos

É da responsabilidade do laboratório utilizar os métodos e procedimentos adequados para a realização das suas atividades (ensaio, calibrações e validação de métodos). As atividades de amostragem, manuseamento, transporte, armazenamento, preparação das amostras e análise de dados de ensaios ou calibração devem ser realizadas de modo a satisfazer as exigências dos clientes ⁽¹⁸⁾.

O laboratório deve selecionar os métodos adequados para os ensaios ou calibrações que são realizados, tendo em consideração as necessidades do cliente. A empresa deve optar pela edição em vigor dos métodos publicados (em normas internacionais, regionais ou nacionais) por organismos técnicos de reputação reconhecida, revistas, textos científicos relevantes ou pelo fabricante do equipamento ^(18, 32).

Poderão ser utilizados procedimentos elaborados internamente (pelo próprio laboratório), desde que tenham sido validados e satisfaçam os requisitos pré-definidos ⁽¹⁸⁾.

A validação consiste na confirmação de que os requisitos específicos relacionados com uma dada utilização pretendida são satisfeitos. O laboratório deve validar os métodos para demonstrar que apresentam as condições necessárias para a obtenção de resultados com a qualidade exigida. Para realizar a validação do método pode ser conveniente efetuar uma avaliação indireta, por evidência das suas características e uma avaliação direta, por comparação com referências aceites. A tabela 3 apresenta os estudos que podem ser realizados na avaliação direta e na avaliação indireta no decorrer da validação do método ^(18, 32).

Tabela 4 - Estudos realizados na validação do método

Avaliação indireta	Avaliação direta
<ul style="list-style-type: none"> • Estudo da representatividade do método; • Estudo dos princípios teóricos do método; • Estudos de interferências e fontes de erro; • Estudos de otimização das condições operatórias ou robustez do método; • Estudo dos parâmetros característicos do método (por exemplo: precisão intermédia, etc.). 	<ul style="list-style-type: none"> • Comparação com métodos normalizados ou de referência; • Comparação com padrões ou MRC; • Comparações interlaboratoriais.

3.2.5. Equipamento

O laboratório deve disponibilizar o equipamento adequado para uma correta realização dos ensaios ou calibrações. O equipamento e o respetivo *software* devem ter a capacidade de atingir a exatidão requerida e cumprir com os requisitos específicos dos ensaios ⁽⁵⁴⁾.

Deve ser elaborado um programa de calibração, verificação, utilização e manutenção apropriado para cada equipamento. Os equipamentos devem ser calibrados ou verificados antes da sua primeira utilização para garantir que são cumpridos requisitos específicos do laboratório e as especificações normativas relevantes ⁽¹⁸⁾.

A calibração pode ser realizada pelo próprio laboratório ou externamente, por laboratórios metrológicos acreditados. Em relação aos critérios de aceitação/rejeição, e na ausência de especificação normativas, legislação, ou outro, é recomendado seguinte critério de aceitação da calibração: que a soma do módulo do erro da medição com o módulo da incerteza associada seja igual ou inferior ao erro máximo aceitável (EMA) para o equipamento ^(18, 32).

$$|erro| + |incerteza| \leq |EMA|$$

A empresa deve identificar e manter registos de todo o equipamento e respetivo software relevante para a realização dos ensaios. O pessoal autorizado para utilizar e manusear o equipamento deve ter à sua disposição as instruções atualizadas sobre a utilização e manutenção do mesmo ⁽¹⁸⁾.

3.2.6. Rastreabilidade das medições

Todo o equipamento utilizado que tenha impacto sobre a exatidão ou a validade dos resultados dos ensaios, calibrações ou amostragem, deve ser calibrado antes da sua entrada ao serviço ⁽¹⁸⁾.

As medições e calibrações realizadas pelo laboratório devem ser rastreáveis ao Sistema Internacional de Unidades (SI), de forma a manter a rastreabilidade do laboratório. Quando é impossível ou irrelevante, o laboratório deve estabelecer a rastreabilidade a padrões de medição adequados, como os MRC ⁽³²⁾.

Nos laboratórios de ensaios, o equipamento de medição e ensaio usado com funções de medição devem ser calibrados pelo próprio laboratório ou por uma entidade externa que demonstre competência de medição e rastreabilidade ⁽¹⁸⁾.

3.2.7. Amostragem

A amostragem consiste num processo de recolha de parte de uma substância, produto ou material, que proporcione uma amostra representativa para posterior realização de ensaios ou calibrações. Sempre que o laboratório realize trabalhos de amostragem, deve definir um plano e procedimentos para uma correta realização dos mesmos ⁽¹⁸⁾.

Os procedimentos de amostragem devem especificar os fatores a controlar no sentido de garantir a validade dos resultados obtidos. O laboratório deve manter registos com os dados e operações relevantes à amostragem ⁽¹⁸⁾.

3.2.8. Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar

O laboratório deve definir procedimentos para o transporte, receção, manuseamento, proteção, armazenamento, conservação e eliminação das amostras. Para garantir a integridade das amostras e salvaguardar os interesses dos clientes, o laboratório deve identificar os itens de forma clara e inequívoca, de modo a evitar que os mesmos possam ser confundidos ⁽¹⁸⁾.

Durante a receção devem ser registadas as anomalias ou desvios em relação às condições descritas no método de ensaio ou calibração. É fundamental que o laboratório tenha instalações e procedimentos adequados para prevenir a deterioração ou estrago dos itens durante o seu manuseamento, armazenamento e preparação ^(18, 32).

3.2.9. Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração

O laboratório deve manter registos dos dados dos ensaios ou calibrações para realizar análises de tendências e, se praticável, aplicar técnicas estatísticas de modo a garantir a qualidade dos resultados dos trabalhos efetuados ⁽¹⁸⁾.

Para monitorizar a validação dos trabalhos, o laboratório pode recorrer à participação de ensaios interlaboratoriais (ECI's) ou ao uso de matérias de referência certificadas (MRC) para determinar e controlar a exatidão ⁽³⁹⁾.

O CQ interno pode ser realizado com recurso à utilização de materiais de referência internos (padrões de controlo ou amostras), em cada série de trabalho, que permite evidenciar a variabilidade dos resultados do laboratório ao longo do tempo. A variabilidade dos ensaios pode ser evidenciada com recurso a cartas de controlo estatístico dos duplicados das amostras analisadas ^(18, 32).

3.2.10. Apresentação dos resultados

Os resultados obtidos pelo laboratório durante a realização dos ensaios devem ser apresentados num relatório de ensaio de forma clara, exata, inequívoca, facilmente compreensível, objetiva, de acordo com os requisitos da norma/procedimento e incluir todas as informações solicitadas pelo cliente ^(18, 32, 39).

O relatório de ensaio deve incluir (Tabela 4) ⁽¹⁸⁾:

Tabela 5 - Informação que deve constar num relatório de ensaio.

No mínimo:	Quando necessário:
<ul style="list-style-type: none"> Um título, uma identificação em cada página e do final do relatório; O nome e a morada do cliente e do laboratório ou do local onde foram realizados os ensaios; A discriminação do método utilizado; A descrição, estado e identificação da amostra; A data de receção da amostra e da realização do ensaio; Os resultados do ensaio; Os nomes, funções e assinaturas das pessoas que autorizam o relatório de ensaio. 	<ul style="list-style-type: none"> Referência ao plano e aos procedimentos de amostragem; Declaração em como os resultados se referem apenas à amostra analisada; Desvios, adições ou exclusões ao método de ensaio; Declaração de conformidade e não conformidade com os requisitos ou especificações; Declaração sobre a incerteza de medição estimada; Opiniões e interpretações; <p>Informações complementares exigidas por métodos específicos e clientes.</p>

A Silliker Portugal apresenta os seus resultados sob a forma de um boletim analítico que poder ser observado na figura 8.


BOLETIM ANALÍTICO Nº 17324/EGI/17					
PRODUTO: PREPARADO DE CARNE REFERÊNCIA: ROLO FIAMB/QI.C:106954 S83315 ACONDIÇÃOAMENTO: Emb.origem-Atm protectora DATA DA RECEPÇÃO: 2017/03/08 RETRA: 2017/015949 MARCA: FORNECEDOR: DATA EMB. BARRETO: CAPACIDADE: 0,579Kg DATA DE VALIDADE: 2017/03/16 LOTE: 67295				Informação do cliente DATA DA COLHEITA: 2017/03/07 LOCAL: SECÇÃO:	
RESULTADOS ANALÍTICOS					
DETERMINAÇÃO	MÉTODO	DATA DE INÍCIO	RESULTADO	UNIDADE	CRITÉRIOS
Det de sulfitos, exp SO ₂	PAFQ 006.0 *	2017/03/09	122	mg/kg	(3)máx. 450 mg/kg
Det de cádmio, CG	EN 14082:03	2017/03/09	<0,01(LQ)	mg/kg	(3)máx. 0,050 mg/kg
Det de chumbo, CG	EN 14082:03	2017/03/09	<0,01(LQ)	mg/kg	(3)máx. 0,10 mg/kg
Contagem de microrganismos a 30°C	ISO 4833-1:13	2017/03/08	2,5 x 10 ⁶	UFC/g	(2)máx. 5x10 ⁶ g
C. de enterobactérias presuntivas a 37°C	NF V 08-054:09	2017/03/08	7,0 x 10 ³	UFC/g	(2)máx. 1x10 ⁴ g
Contagem de Escherichia coli	ISO 16649-2:01	2017/03/08	<4 x 10 ¹	UFC/g	(2)máx. 5x10 ² g
Contagem de Estafilococos coag. pos	ISO 6888-2:99	2017/03/08	<1 x 10 ¹	UFC/g	(2)máx. 5x10 ² g
Observações/Avaliação da conformidade: (1)-Rotulagem, (2)-Especificações, (3)-Legislação. Colheita não acreditada da responsabilidade do laboratório. (LQ)-limite de quantificação. * - Método não acreditado. Teor de sulfitos conforme legislação (Reg. CE nº1333/2008 e alt). Contaminantes conforme legislação (Reg. CE nº1831/2003 e alt). Características microbiológicas conforme especificação.					
<small>NOTA: O boletim analítico refere-se apenas às amostras analisadas, não podendo ser generalizado a partidas ou lotes, salvo nos casos especificamente mencionados. Este documento é considerado confidencial, não podendo ser reproduzido a não ser na íntegra, nem utilizado para fins publicitários, sem a devida prévia autorização escrita.</small>					
		Data de emissão: 2017/03/17 O Director Geral Fátima Castro			
IQ 09.0 pág 1 de 1					

Figura 8 - Exemplo de um boletim analítico da Siliker Portugal

O relatório deve apresentar um formato que inclua cada tipo de ensaio realizado e minimize a possibilidade de má compreensão. As emendas aos relatórios de ensaios devem ser realizadas sob a forma de um novo documento identificado de modo inequívoco (18).

4. Auditorias

A NP EN ISO 9000:2015 define auditoria como um processo sistemático, independente e documentado para obter evidências de auditoria e respetiva avaliação objetiva com vista a determinar em que medida os critérios da auditoria são satisfeitos^(55, 56). Possibilita, quando possível, a implementação de melhorias no sistema e a identificação de atividades que precisem de ações corretivas. A sua realização permite, ainda, avaliar se o SG cumpre com eficácia os requisitos normativos da NP EN ISO/IEC 17025:2005⁽¹⁸⁾.

As auditorias podem ser divididas em três tipos: auditorias de primeira, segunda e terceira parte. As auditorias de primeira parte ou internas são realizadas por iniciativa da própria organização aos seus serviços, procedimentos ou instalações, com recurso a pessoal próprio qualificado ou auditores contratados. As auditorias de segunda parte são executadas pelas partes interessadas na organização, com o propósito de avaliar a entidade auditada. As auditorias de terceira parte são efetuadas por organizações auditoras externas independentes. As auditorias de segunda e terceira parte são auditorias externas, ou seja, realizadas por iniciativa de uma organização externa ^(1, 52).

4.1. Auditorias internas

As auditorias internas ou de primeira parte são fundamentais na deteção de atividades que necessitem de ações corretivas e possibilitam uma melhoria contínua do SG da organização ^(18, 56).

As auditorias técnicas são auditorias de primeira parte. São realizadas preferencialmente por técnicos de laboratório a métodos específicos e têm como objetivo garantir que todos os ensaios no âmbito da acreditação são auditados em cada ciclo de acreditação⁽⁵²⁾.

Um laboratório acreditado deve realizar auditorias internas anuais de forma a respeitar os requisitos normativos do referencial NP EN ISO/IEC 17025:2005. A Silliker apresenta um programa anual de auditorias internas que compreende todos os requisitos deste referencial normativo, sendo cada requisito auditado, pelo menos, uma vez por ano⁽⁵²⁾.

O auditor deve demonstrar competência para realizar uma auditoria⁽¹⁶⁾. Para realizar uma auditoria técnica deverão ser evidenciados conhecimentos sobre metodologias da qualidade, formação/experiência na área técnica a auditar e conhecimentos na metodologia a auditar⁽⁵²⁾. Os auditores internos devem, ainda, estar

familiarizados com o SG do laboratório e não ter qualquer responsabilidade sobre as áreas que auditam⁽⁵²⁾.

Uma auditoria pode ser dividida em 5 fases (início, preparação, execução, relatório e conclusão) ⁽⁵⁷⁾.

1. Início da auditoria

- Primeiro contacto com a auditoria que irá ser realizada

2. Preparação das atividades

- Análise preliminar de documentos
- Plano da auditoria
- Divisão de tarefas pela equipa de auditores
- Preparação dos documentos de trabalho

3. Execução da auditoria

- Reunião de abertura
- Realização da auditoria
- Reunião de conclusão

4. Realização do relatório da auditoria realizada

- Elaboração do relatório

5. Conclusão da auditoria

- Efetuar ações corretivas, quando necessário.

O auditor ou equipa auditora é responsável pela elaboração de um relatório que apresente um registo completo, exato, sucinto e claro da auditoria⁽¹⁶⁾. Um relatório de auditoria interna deve incluir/referir os seguintes pontos⁽⁵²⁾:

- Identificação da equipa que efetuou a auditoria;
- Data da realização da auditoria e do relatório;
- Registo das constatações da auditoria;
- Identificação e registo dos analistas auditados;
- Registo dos documentos, ensaios e equipamentos auditados.

Todas as não conformidades e/ou oportunidades de melhoria verificadas no

seguimento da auditoria devem ser registadas e analisadas de modo a promover a implementação de ações corretivas e/ou preventivas⁽⁵⁸⁾.

4.2. Resultados das auditorias realizadas

Para realizar uma auditoria técnica é necessário conhecer todas as etapas do método que irá ser auditado, os pontos críticos e os procedimentos de controlo da qualidade. Uma vez que as auditorias foram realizadas sem conhecimento prévio por parte do analista, foi necessário realizar um estudo das normas/procedimentos a serem auditadas de modo a adquirir conhecimento suficiente para a sua realização.

As auditorias realizadas foram divididas em duas partes. Numa primeira fase é realizada uma auditoria presencial onde o auditor acompanha a realização do método. Nesta fase, o auditor pode constatar/evidenciar se o analista respeita as metodologias definidas no procedimento. Na segunda parte é realizada uma auditoria vertical, onde o auditor faz uma verificação da rastreabilidade dos resultados obtidos no decorrer do método. A auditoria vertical tem como objetivo demonstrar a eficácia do SG e do sistema de rastreabilidade dos dados produzidos pelo analista.

Foram realizadas 16 auditorias a métodos do laboratório:

- AOAC 985.29 *Total dietary fiber*.
- ISO 1738 - IDF 12:2004 *Determination of salt content*.
- ISO 6886:2016 *Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test)*.
- NP 1223:1976 Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.
- NP 1421:1977 Determinação do teor de acidez.
- NP 1612 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.
- NP 1613: 1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.
- NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência
- NP 3966:1991 Derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do peso escurido.
- NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
- NP 518:1986 Determinação do teor de cinza total. Processo de incineração a 550

°C.

- NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.
- PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.
- PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.
- PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.
- PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.

4.2.1. Auditorias Realizadas

4.2.1.1. Auditoria ao método ISO 1738 - IDF 12:2004 *Determination of salt content*.

Resumo do método:

Uma quantidade de amostra é aquecida, até fundir, por adição de água fervente. Os cloretos dissolvidos na mistura são titulados com uma solução de nitrato de prata, usando cromato de potássio como indicador⁽⁵⁹⁾.

Relatório da auditoria:

A Silliker Portugal desenvolveu um impresso para realizar os relatórios das auditorias técnicas. Este impresso serve de *checklist* no decorrer da auditoria e permite uniformizar todos os relatórios de auditorias técnicas efetuados pela empresa.

1. Cabeçalho

Como referido anteriormente, um relatório deve apresentar a identificação da equipa que efetuou a auditoria e a data em que foi realizada. O impresso utilizado pela Silliker Portugal possui (no cabeçalho) campos para preencher com a data e a equipa de auditores. É também apresentado um campo para preencher com a designação do método que está a ser auditado (Tabela 6).

Tabela 6 - Cabeçalho do relatório da auditoria técnica da Silliker Portugal.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA	Data da auditoria: 26 e 27 de janeiro de 2017.
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva
	Método: ISO 1738 - IDF 12:2004 <i>Determination of salt content</i>.

2. Método/norma

O primeiro ponto apresentado na *checklist* é referente ao método/norma (Tabela 7). Neste campo, é verificado se o laboratório é detentor da norma em papel e/ou suporte eletrónico. Após confirmar a existência da norma, é averiguado se o laboratório está a utilizar a versão em vigor da mesma e se está devidamente controlada. Assim, é possível confirmar que o laboratório cumpre com o estabelecido nos requisitos referentes ao controlo dos documentos da norma NP EN ISO/IEC 17025.

Tabela 7 - Relatório da auditoria. O método/norma.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. ISO:1738:2004 (IDF12:2004). c) Sim. Impresso IQ.148.1 (Índice) – Laticínios - Normas ISO (Pasta 2) e pasta eletrónica de documentação.

3. Analista com acesso à cópia integral da norma

O analista deve ser detentor de uma cópia integral (quando necessário, em suporte digital ou papel), devidamente controlada, do método que irá realizar ⁽¹⁸⁾. Antes de iniciar o método, é pedido ao analista que apresente a sua cópia da norma e verificado se a mesma está devidamente controlada (Tabela 8).

Tabela 8 - Relatório da auditoria. Analista com acesso à cópia integral da norma.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das normas e procedimentos), registada no impresso - IQ.11.6 Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2016-11-24.

4. Execução do procedimento pelo analista

O terceiro campo da *checklist* deve, apenas, ser preenchido no final da auditoria presencial (Tabela 9). Neste ponto, é verificado se o analista segue o procedimento como

está definido na norma. No decorrer da auditoria, constatou-se que a norma não define a que temperatura deve ser realizada a titulação. Afirma apenas que é essencial que cada laboratório padronize o seu próprio procedimento para que a temperatura a que as amostras são tituladas seja aproximadamente a mesma. No entanto, não foi evidenciado qual a metodologia que o laboratório utiliza. Para tratar esta NC, o laboratório definiu, num relatório de tratamento de informação anexado à norma, que a solução deve arrefecer até uma temperatura de $(52,5 \pm 2,5)^{\circ}\text{C}$ para proceder à titulação.

Tabela 9 - Relatório da auditoria. Execução do procedimento pelo analista.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
O procedimento é seguido pelos analistas?		X		<ul style="list-style-type: none"> - A amostra foi homogeneizada na própria embalagem, não tendo necessitado de ir ao banho. - De acordo com o definido no parágrafo 9.3.1: <i>"The titration may be carried out on the hot solution or after cooling. It is essential, however, that each laboratory standardize its own procedure for the determination by always bringing the contents of the titration vessel to approximately the same temperature before titration. The titration should preferably be carried out a temperature of about 50 °C. This temperature may (partially) prevent coagulation of the butterfat which influences the orange tint."</i> ⁽⁵⁹⁾, não foi evidenciado qual a metodologia que o laboratório utiliza.

5. Auditoria presencial: Amostra auditada

No início da auditoria presencial é escolhida uma amostra que irá ser auditada (Tabela 10). A *checklist* apresenta um ponto para identificar a amostra, a lista de trabalho (Figura 9) que a analista utiliza (no caso de não existir um impresso em suporte eletrónico para a analista colocar os resultados obtidos) e quais os equipamentos utilizados.

EGI
DATA : 2017/01/23 às 11:56
NOME : Lara Raquel Fonseca Pimentel

Lista de Trabalho N° 2017/002765
CÓDIGO : 000073

AMOST.	MÉTODO	DESCRIÇÃO	RESULTADO	UNID.
4662	ISO 1738:04 VAL	Det de teor de sal, exp NaCl		g/100g
MATERIA-PRIMA - QUÍMICA				
		M - massa da toma	5.0265 5.0045	g
		N - Título do Nitrato de Prata	0.0988 0.0988	N
		V1 - volume gasto no ensaio	0.35 0.40	ml
		V2 - volume gasto no branco	0.20 0.20	ml

DRRR DUTTE 160152

5.0646
0.0988
15.60
0.20

1.76 g/100g

8-24
24.01.17

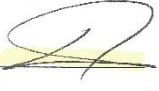
Página nº 1 de 1 Rub. Analista:  Rub. Responsável: _____

Figura 9 – Lista de trabalho utilizada pelo analista.

Tabela 10 - Relatório da auditoria. Amostra auditada no decorrer da auditoria presencial.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial: a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/004662. b) Lista de trabalho n.º 2017/002765. c) Balança 2A; termómetro 19N; pipetador automático 64H.

6. Auditoria presencial: impressos associados ao método

Todos os impressos que apresentem cálculos automáticos devem ser validados a

fim de preservar a integridade dos dados de ensaio ⁽¹⁸⁾. A validação dos impressos é feita pela descrição das fórmulas usadas e uma comparação representativa das respostas obtidas no impresso com as expectáveis face à introdução de um conjunto de dados ⁽²⁷⁾. Foi necessário proceder à validação do impresso IQ.124.1F – Padronização do nitrato de prata (Figura 10), uma vez que foi verificado, no decorrer da auditoria, que o mesmo não se encontrava validado (Tabela 11).

NITRATO DE PRATA (AgNO ₃)				
Concentração teórica da solução:			Analista:	
Data de padronização da solução:			Balança:	
Data de validade da padronização:				
NOTA: Caso a diferença entre os três replicados seja superior a 0,0002N, deve-se repetir a padronização (neste caso não se elimina o valor aberrante, repete-se toda a padronização).				
1. Realização da padronização em triplicado				
Norma ISO 1738?	Massa de cloreto de sódio (g)	Volume de AgNO ₃ gasto na titulação (ml)	Concentração (N)	Avaliação dos resultados
Concentração rigorosa da solução (N):				

Figura 10 - Exemplo de um impresso com cálculos automáticos

Tabela 11 - Relatório da auditoria. Impressos associados ao método.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial: a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		X (b)		a) Sim. Impresso IQ.124.1F - Padronização do nitrato de prata. b) Não existem evidências da validação do impresso.

7. Auditoria presencial: Equipamentos utilizados

De acordo com o definido na NP EN ISO/IEC 17025, o laboratório deve manter registos de todos os equipamentos e identifica-los, sempre que praticável ⁽¹⁸⁾. Durante a auditoria, é realizado o levantamento de todos os equipamentos utilizados pelo analista. É verificado se os mesmos estão devidamente identificados e se possuem, quando

necessário, uma etiqueta de calibração ou verificação (Tabela 12).

Tabela 12 - Relatório da auditoria. Equipamentos utilizados na auditoria presencial.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial: a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2A; massas 183, 76 e 75; termómetro 19N; sonda 110G; pipetador automático 64H. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Equipamentos 2A; 104; 183; 76; 75 e 110G (impresso IQ.146.3 Confirmação do EMA). - Equipamento 19N (impresso IQ.259.0 Verificação interna - sondas de temperatura).

8. Auditoria presencial: equipamento de medição de temperatura

Para verificar se a utilização, calibração, verificação e manutenção é realizada de acordo com os procedimentos de utilização do equipamento definidos pelo laboratório, o laboratório definiu quatro pontos na *checklist*. É possível observar um ponto para o equipamento de medição de temperaturas (tabela 13), equipamento de medição de volumes (tabela 14), equipamento de medição de massas (tabela 15) e outros equipamentos (tabela 16) utilizados pelos analistas.

No decorrer da auditoria, é verificado se o equipamento utilizado é adequado ao uso pretendido. São recolhidas todas as evidências relacionadas com a verificação, calibração e manutenção para averiguar se estas operações são realizadas de acordo com os requisitos definidos ⁽²⁴⁾.

Em relação aos equipamentos de medição de temperatura, os termómetros podem ser calibrados externamente, por entidades competentes, ou internamente, usando padrões de referência e meios de transferência apropriados ⁽²⁴⁾.

Os equipamentos com controladores de temperatura (ex: estufas) devem ser sujeitos a controlos metrológicos periódicos. Devem ser efetuadas verificações funcionais

com instrumentos calibrados, apropriados à exatidão requerida ⁽²⁴⁾.

Na auditoria ao método ISO 1738 - IDF 12:2004 *Determination of salt content* foi utilizado um termómetro para verificar a temperatura (Tabela 13). Segundo o PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas, o termómetro deve ser verificado anualmente, com uma sonda de temperatura calibrada externamente.

Tabela 13 - Relatório da auditoria. Equipamento de medição de temperatura utilizado no decorrer da auditoria.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial: - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Termómetro 19N b) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d) Sim

9. Auditoria presencial: equipamento de medição de volume

O guia para a acreditação de laboratórios químicos refere a necessidade de calibrações periódicas ao material volumétrico com êmbolo (buretas, tituladores automáticos e micropipetas) utilizados para realizar medições rigorosas ⁽⁶⁰⁾. Segundo o guia, as micropipetas automáticas devem ser sujeitas a uma verificação intermédia. O laboratório definiu que esta verificação deveria ser efetuada diariamente, antes da sua primeira utilização ⁽⁶¹⁾.

Em relação aos volumes, a utilização, verificação, calibração e manutenção do equipamento volumétrico de vidro encontrava-se de acordo com o PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Segundo o PEQ.07.0, e as buretas devem ser calibradas externamente antes da sua primeira utilização ⁽⁶¹⁾. A utilização e manutenção dos pipetadores automáticos está definida no PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.

Tabela 14 - Relatório da auditoria. Equipamento de medição de volume utilizados no decorrer da auditoria presencial.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial: - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Pipetador automático 64H b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. c1) NA. d1) Sim. a2) Bureta de 25 ml b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c2) NA. d2) Sim. a3) Balão volumétrico de 1000 ml b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c3) NA. d3) Sim. a4) Pipeta graduada de 5 ml b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c4) NA. d4) Sim. a5) Pipeta volumétrica de 100 ml b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c5) NA. d5) Sim. a6) Proveta de 100 ml b6) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c6) NA. d6) Sim. a7) Balão volumétrico de 250 ml b7) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c7) NA. d7) Sim.

10. Auditoria presencial: equipamento de pesagem

A balança deve ser calibrada com a periodicidade de um ano e verificada diariamente antes da sua utilização (Tabela 15) ⁽²⁴⁾.

A verificação intermédia da balança deve ser efetuada diariamente, antes da sua utilização. Esta verificação intermédia deve ser realizado de modo a otimizar os prazos de

calibração estabelecidos e detetar possíveis falhas ou avarias ^(24, 62).

O guia para a acreditação de laboratórios químicos do IPAC não refere a necessidade da utilização de massas calibradas na verificação intermédia da balança, no entanto, o laboratório deferiu que as massas devem ser calibradas com uma periodicidade anual ^(24, 60).

Tabela 15 - Relatório da auditoria. Equipamento de pesagem utilizados no decorrer da auditoria presencial.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial: - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2A b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2A b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem CALIBRAÇÃO: -Massa de 1g (Ref interna: 183) - Massa de 10g (Ref interna: 76) - Massa de 100g (Ref interna: 75)

11. Auditoria presencial: reagentes, soluções e consumíveis

Os reagentes/consumíveis/soluções utilizados pelo analista no decorrer da auditoria devem estar devidamente identificados e apresentar a sua data de validade ^(18, 63). No decorrer da auditoria é verificado se os reagentes/soluções utilizados são adequados ao método que está a ser auditado e se estes estão devidamente identificados. É averiguado se o registo da abertura dos lotes dos reagentes/consumíveis e da preparação das soluções é efetuado corretamente. No caso dos reagentes e consumíveis é ainda necessário verificar a existência do certificado de lote.

Tabela 16 - Relatório da auditoria. Reagentes, soluções e consumíveis utilizados no decorrer da auditoria

presencial.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial: a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consuáveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Solução de nitrato de prata: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes de nitrato de prata (lote: SZBF3170V). a1) Sim. a2) solução de cloreto de sódio: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes do cloreto de sódio (lote:15K270018). b2) Sim. a3) Solução cromato de potássio: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes de cromato de potássio (lote:16C294149). b3) Sim.

12. Validação do método

O laboratório deve proceder à validação dos métodos com uma periodicidade de 5 anos. A precisão intermédia e a incerteza do método não se encontravam validadas uma vez que a sua validação estava em curso (Tabela 17).

Tabela 17 - Relatório da auditoria. Validação do método.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (b) (c)		a) Repetibilidade: definida na norma. b) Precisão intermédia: validação em curso. c) Incerteza: validação em curso.

13. Auditoria vertical: amostra auditada

Na auditoria vertical, escolhe-se uma amostra e verifica-se a rastreabilidade dos resultados produzidos, desde a preparação da amostra até à emissão do Boletim Analítico (Tabela 18).

Tabela 18 - Relatório da auditoria. Amostra auditada no decorrer da auditoria vertical.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical: a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/07/076891. b) Lista de trabalho n.º 2016/041035. c) Boletim analítico n.º 81207/EGI/16.

14. Auditoria vertical: lista de trabalho utilizada

No decorrer da auditoria vertical, verificou-se que a lista de trabalho não apresenta a rastreabilidade ao termómetro utilizado pela análise (Tabela 19). De modo a evitar a recorrência desta NC, a analista foi sensibilizada para a importância da rastreabilidade dos equipamentos utilizados nas listas de trabalho e/ou impressos utilizados.

Tabela 19 - Relatório da auditoria. Lista de trabalho utilizada na auditoria vertical.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical: - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		X (b)		a) Sim. b) Apenas foi efetuada a rastreabilidade à balança utilizada 2A. Em falta encontra-se a rastreabilidade ao termómetro. c) NA.

15. Auditoria vertical: Cálculos e apresentação dos resultados

Na auditoria vertical, é necessário verificar se os cálculos efetuados estão corretos e se os resultados são apresentados com o arredondamento definido na norma e/ou procedimento (Tabela 20).

Tabela 20 - Relatório da auditoria. Cálculos e apresentação dos resultados.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical: a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. $\text{teor de sal} = \frac{5,844 \times [\text{AgNO}_3] \times (V - V_b)}{\text{massa}}$ V – volume AgNO_3 gasto no ensaio V_b – volume AgNO_3 gasto no ensaio em branco $\text{Amostra1} = \frac{5,844 \times 0,991 \times (15,65 - 0,15)}{5,0824} = 1,766 \text{ g/100g}$ $\text{Amostra2} = \frac{5,844 \times 0,991 \times (15,50 - 0,15)}{5,0241} = 1,769 \text{ g/100g}$ Resultado apresentado no boletim analítico é a média dos dois resultados, pois cumpre com o critério de repetibilidade definido na Norma - 0,03 g/100g. $\frac{\text{Resultado 1} + \text{Resultado 2}}{2} = 1,77 \text{ g/100g}$ b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento às centésimas.

16. Recursos humanos

O laboratório deve manter toda a documentação relativa aos recursos humanos atualizada. O analista não se encontrava qualificado para o ensaio auditado uma vez que o método encontrava-se em fase de implementação e segundo os procedimentos definidos pela empresa, o analista fica automaticamente qualificado para o ensaio após realizar a validação do mesmo (Tabela 21).

Tabela 21 - Relatório da auditoria. Recursos humanos.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B: - IQ.24.2 Plano de formação inicial – OK - IQ.25.2 Descrição de funções – OK - IQ.26.0 Lista de competências - a analista não adquiriu competência para este ensaio porque o método se encontra em fase de implementação/validação. - Ficha de aptidão médica - OK (2016). - Certificado de habilitações – OK. - CV - OK - Atualizado em 2015-02-24. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25.2 Descrição de funções (2015). IQ.26 Lista de competências - A analista não está qualificada para esta determinação. Método em fase de implementação. De acordo com o definido no procedimento PGQ.01 Recursos Humanos: "Nota: quando um analista implementa e valida um novo método analítico, fica automaticamente qualificado para a realização do mesmo".

17. Ensaios de comparação interlaboratorial

Os ECI's permitem garantir a qualidade dos resultados dos ensaios realizados pelos analistas. Os analistas devem participar, no mínimo, em dois ECI's, por ano, como forma de realizar a manutenção de competências. O analista apenas efetuou um ECI's, no entanto, não foi assinalada uma NC porque o método ainda se encontrava em fase de implementação e não tinham sido analisadas amostras para o cliente (Tabela 22).

Tabela 22 - Relatório da auditoria. Ensaio de comparação interlaboratorial.

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) A analista apenas efetuou um ensaio interlaboratorial (Nota: Ainda não foram analisadas amostras para clientes.). Setembro de 2016 - DRRR - amostra n.º2016/076891. c) NA.

18. Amostras diárias de controlo de processo (DPCS)

A Silliker Portugal recorre a amostras diárias de controlo de processo para monitorizar a validade dos ensaios e calibrações realizadas. Uma vez que o método estava em fase de validação e não foram realizadas amostras de clientes, ainda não foi definido, pelo laboratório, qual o DPCS que irá ser utilizado para o método (Tabela 23).

Tabela 23 - Relatório da auditoria. Amostras diárias de controlo de processo

ITEM	C	NC	NA	Comentários
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?			X	Considerando que este método se encontra em fase de implementação/validação, não sendo ainda realizado para amostras de clientes, o laboratório ainda não definiu um DPCS para este método.

4.2.1.2. Auditoria ao método AOAC 985.29 *Total dietary fiber in foods*.

Resumo do método:

Duplicados de amostras desengorduradas (se o teor de matéria gorda for superior a 10%) são digeridas por ação da α -amilase termoestável a uma temperatura de, aproximadamente, 100°C de modo a gelatinar e hidrolisar parcialmente o amido presente.

Em seguida, são sujeitas a uma segunda digestão com uma protease, a 60°C, de modo a hidrolizar e solubilizar a proteína, e com amiloglucosidase para hidrólise do amido residual presente.

As fibras alimentares solúveis são precipitadas através da adição de 4 volumes de etanol (95% V/V). O resíduo é filtrado e lavado com etanol e acetona para remoção da proteína e do amido e, em seguida, seco em estufa de vácuo e pesado. Uma réplica do ensaio é analisada para determinação da proteína e a outra é incinerada a 525°C.

O teor em fibra alimentar é dado pela massa média dos dois resíduos, após subtração dos teores de proteína, cinza e do ensaio em branco^(64, 65).

Foram detetadas oito NC durante a realização do relatório de auditoria, disponível no anexo 2.

O analista não tinha acesso a uma cópia integral da norma. Contudo, era detentor de uma cópia integral do PAFQ.998.0 Complemento ao método AOAC 985.29 *Total dietary fiber in foods*. Este procedimento trata-se da tradução da norma com ligeiras alterações para se adaptar à realidade do laboratório. Para corrigir a NC encontrada, foi entregue uma cópia controlada do método.

Constatou-se que o elétrico utilizado não se encontrava devidamente identificado. Como referido anteriormente, todo o equipamento do laboratório deverá ser acompanhado da sua respetiva etiqueta de identificação/verificação/calibração. Foi colocada a etiqueta de identificação no equipamento (eléctrodo) e verificado se os restantes eléctrodos se encontravam devidamente identificados.

Detetou-se que a verificação da estufa refrigeradora não se encontrava atualizada. Averiguou-se todas as cartas de controlo das verificações atribuídas ao analista para confirmar que o mesmo realizava as verificações e que a NC encontrada foi um caso isolado. O analista foi sensibilizado para a importância da realização da verificação dos equipamentos.

Foram validados dois impressos (IQ.50.2A e IQ.156.6) como ação corretiva, uma vez que foi detetado que estes não se encontravam validados.

No decorrer da auditoria, não foi evidenciado o certificado de lote de dois dos reagentes utilizados. Verificou-se que estes já tinham sido solicitados pelo analista, no entanto, ainda não se encontravam disponíveis.

A repetibilidade e a precisão intermédia do método não se encontravam atualizadas. Na data da realização do relatório da auditoria verificou-se que a revalidação do método já tinha sido realizada, no entanto, não foi evidenciado o seu tratamento estatístico bem como a emissão do protocolo de validação.

4.2.1.3. Auditoria ao método ISO 6886:2016 *Animal and vegetable fats and oils – Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test)*.

Resumo do método:

Passagem de uma corrente de ar purificado pela amostra, previamente aquecida a uma temperatura específica. Os gases libertados durante o processo de oxidação, juntamente com o ar passam num frasco que contem água destilada e um eletrodo para medir a condutividade⁽⁶⁶⁾.

Foram detetadas dezanove NC durante a realização do relatório de auditoria que se encontra em anexo (anexo 3).

No decorrer da auditoria, verificou-se que não foi evidenciado o controlo do fluxo, a utilização de um termómetro calibrado no bloco de aquecimento e que a amostra é mantida ao abrigo da luz. O PEQ relativo ao Rancimat e o PGQ.08.5 Gestão das amostras foram atualizados para tratar estas NC.

A referência à norma apresentada na lista de trabalho não apresentava a data correta. Na lista de trabalho está definida a norma ISO 6886:2006, no entanto a norma utilizada é a ISO 6886:2016. Procedeu-se à correção da data, no sistema, de modo a evitar a recorrência desta NC.

Em relação aos Rancimat utilizados pelo analista, não foi evidenciada a calibração da temperatura, condutividade e fluxo, como definido na norma. Não existiam evidências dos registos relativos à verificação do equipamento. O procedimento relativo a este equipamento foi atualizado e a calibração do equipamento foi realizada de acordo com o

definido na norma.

Não foi evidenciado o registo da preparação da solução de lavagem do material de vidro no impresso IQ.210 Controlo da preparação. O analista foi alertado para a importância do registo da preparação das soluções.

Verificou-se que a precisão intermédia e a incerteza do método encontravam-se em fase de validação.

Na auditoria vertical, a lista de trabalho não apresenta rastreabilidade ao equipamento utilizado nem ao duplicado efetuado na série de trabalho. A analista foi sensibilizada para a correta rastreabilidade na lista de trabalho

Foi evidenciado em erro de transcrição da lista de trabalho para o sistema informático na temperatura de 130°C. O resultado obtido foi de 3,96 horas, o que de acordo com o arredondamento definido na norma o resultado final emitido para o Cliente seria de 4,0 horas. No entanto a analista transcreveu 3,9 horas, pelo que o resultado final emitido para o Cliente foi de 3,9 horas. A analista foi sensibilizada para não realizar o arredondamento para evitar erros, uma vez que o programa informático já o efetuava.

A norma definida na lista de competência encontra-se errada. Em uso a ISO 6886:2016 e não ISO 6886:2006. Procedeu-se à correção da data, no sistema, de modo a evitar a recorrência desta NC.

Não foram evidenciados registos de participação em ECI's nem de amostras cegas. O laboratório agendou a participação do analista em ECI's de acordo com o definido nos procedimentos internos da empresa.

O laboratório definiu uma amostra diária de controlo do processo, uma vez que não foi evidenciada a realização de DPCS associado ao método.

4.2.1.4. Auditoria ao método NP 1223:1976 Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.

Resumo do método:

Extração dos cloretos por maceração em água destilada e sua determinação pelo método volumétrico, segundo o processo de Charpentier-Volhard.

Os resultados exprimem-se, quer em cloro, quer em cloreto de sódio, em

percentagem, em massa⁽⁶⁷⁾.

Foram detetadas quatro NC durante a realização do relatório de auditoria, disponível no anexo 4.

Em relação à verificação da hotte, constatou-se que foram obtidos valores fora do limite de aceitação e que não existiam evidências do registo da NC. Para evitar a ocorrência desta NC, o impresso associado à verificação das hottes foi alterado. No caso da existência de valores fora do limite de aceitação, o impresso apresentava a seguinte mensagem “KO - Alertar o RT e Abrir NC”.

Verificou-se que não existem evidências da atualização quanto à validação da repetibilidade e da incerteza. No entanto, verificou-se que a revalidação do método já tinha sido realizada, contudo não foi evidenciado o seu tratamento estatístico nem a emissão do protocolo de validação.

Ainda no decorrer da auditoria, foi possível observar que não existiam evidências da validação do impresso com cálculos automáticos IQ.124.1F. Não foi aberta uma NC uma vez que à data da realização do relatório da auditoria, este já se encontrava validado.

4.2.1.5. Auditoria ao método NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.

Resumo do método:

Titulação potenciométrica ou à viragem da fenolftaleína como indicador, em meio aquoso, com solução 0,1N de hidróxido de sódio⁽⁶⁸⁾.

O relatório da auditoria realizada ao método NP 1421:1997 encontra-se em anexo (anexo 5).

No decorrer da auditoria foi encontrada uma NC. Não foi evidenciado o estudo da repetibilidade do método, sendo que o laboratório procedeu à revalidação do método como ação corretiva desta NC.

4.2.1.6. Auditoria ao método NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.

Resumo do método:

Digestão da toma para análise por ácido sulfúrico concentrado, que transforma o azoto orgânico em iões amónio, em presença do sulfato de cobre (II) como catalisador. Alcalinização que provoca a libertação de amoníaco, sendo esta destilada e recebida num excesso de solução de ácido bórico. Titulação de amoníaco combinada com o ácido bórico pelo ácido clorídrico ou ácido sulfúrico⁽⁶⁹⁾.

Foram detetadas três NC durante a realização do relatório de auditoria que se encontra em anexo (anexo 6).

A precisão intermédia e a incerteza do método não se encontravam atualizadas. Para corrigir esta NC, o laboratório deve proceder à revalidação do método.

Verificou-se que não foi evidenciado o certificado de lote de um dos reagentes utilizados pelo analista (Hidróxido de sódio). No entanto, esta NC já tinha sido previamente detetada e já foram tomadas medidas para a sua resolução.

4.2.1.7. Auditoria ao método NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.

Resumo do método:

Tratamento da amostra com ácido clorídrico diluído fervente para libertar as frações lipídicas. Filtração da massa resultante, secagem e extração por meio do n-hexano ou do éter de petróleo da matéria gorda retida no filtro⁽⁷⁰⁾.

No decorrer da auditoria, foi detetada uma NC que já tinha sido detetada e registada (anexo 7).

Verificou-se que não foi evidenciada a validação do impresso com cálculos automáticos, porém, esta NC já tinha sido detetada e registada.

4.2.1.8. Auditoria ao método NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.

Resumo do método:

Hidrólise da amostra em ácido sulfúrico a 105°C. Filtração e diluição do hidrolisado. Oxidação da hidroxiprolina pela cloramina-T, seguida da formação de um composto vermelho com p-dimetilaminobenzaldeído. Medida espectrofotométrica no comprimento de onda de 558nm⁽⁷¹⁾.

Foram detetadas catorze não conformidades durante a realização do relatório de auditoria que se encontra em anexo (anexo 8).

Verificou-se que não existia rastreabilidade ao impresso relativo à realização da verificação da estufa e do banho, utilizado pelo analista. O impresso relativo ao controlo da preparação das soluções também não apresentava rastreabilidade. Para tratar estas NC, foram verificados todos os impressos relativos à verificação/manutenção dos equipamentos do laboratório e do controlo da preparação das soluções. Todos os impressos cujo o respetivo código não se encontrava visível foram substituídos por nova documentação.

A manutenção da estufa utilizada pelo analista não se encontrava atualizada. O analista referiu que a manutenção estava em falta devido à indisponibilidade do equipamento ou do próprio analista. No entanto, o analista foi sensibilizado para a importância da realização da verificação/manutenção do equipamento.

O impresso utilizado pelo analista para executar a manutenção do banho evidenciava que a mesma era realizada pelo PME.05, todavia, era concretizada pelo PEQ.05. O impresso foi corrigido e foi verificado se os outros impressos utilizados estavam corretamente preenchidos.

Constatou-se que o analista não realizou a verificação do frigorífico (diariamente), do espectrofotómetro (semanal) e da balança (diariamente) utilizada com a periodicidade estabelecida nos procedimentos da empresa ^(62, 72, 73). O analista foi sensibilizado quanto à importância da verificação do equipamento conforme o estabelecido nos procedimentos.

Em relação ao material volumétrico, verificou-se a existência de material que não cumpria a data de validade definida nos procedimentos da empresa (5 anos após a sua primeira utilização) ⁽⁷⁴⁾. Para confirmar se todo o material de vidro presente no laboratório cumpria com o definido no PEQ.07.0 foi necessário verificar a validade dos mesmos.

Não foram evidenciados certificados de lote relativos a reagentes e a material

volumétrico de vidro. Os certificados de lote em falta foram requisitados, para resolver estas NC.

No decorrer da auditoria vertical, constatou-se que o analista não efetuou a rastreabilidade à balança utilizada no impresso associado ao método. Na transcrição do resultado obtido para o programa utilizado pelo laboratório (LIMS), verificou-se um erro efetuado pelo analista. Este foi sensibilizado para a importância de uma correta inserção dos dados nos impressos e no LIMS.

4.2.1.9. Auditoria ao método NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.

Resumo do método:

Separação do conteúdo sólido por meio de peneiro e respetiva pesagem ⁽⁷⁵⁾.

O relatório da auditoria realizada ao método NP 3966:1991 encontra-se disponível no anexo 9.

No decorrer da auditoria apenas foi encontrada uma NC. Não existiam evidências do certificado de habilitações do analista. Para resolver a NC foi pedido, ao analista, que apresentasse o documento em questão.

4.2.1.10. Auditoria ao método NP 475:1983 Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda

Resumo do método:

Secagem em estufa a $(101 \pm 1)^\circ\text{C}$ de uma determinada quantidade de leite até obtenção do mínimo de massa (antes de se verificar o aumento de massa devido à oxidação) e cálculo do resíduo seco isento de matéria gorda determinada segundo NP 468⁽⁷⁶⁾.

Foram detetadas quatro NC durante a realização do relatório de auditoria que se encontra no anexo 10.

No decorrer da auditoria, foi detetado que a manutenção da estufa utilizada pelo analista não se encontrava atualizada. Foi também observado que não existiam evidências da verificação do banho utilizado na preparação da amostra. Os analistas foram sensibilizados para a importância da verificação e manutenção dos equipamentos conforme os respetivos procedimentos.

A precisão intermédia e a incerteza do método não se encontravam validadas. A correção desta NC passa pela atualização da validação do método.

4.2.1.11. Auditoria ao método NP 518:1986 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550°C.

Resumo do método:

Incineração do produto a uma temperatura de $550 \pm 10^\circ\text{C}$ até combustão completa da matéria orgânica e obtenção de uma massa constante (resíduo de coloração uniforme branca ou quase branca) ⁽⁷⁷⁾.

Foram detetadas duas NC durante a realização do relatório de auditoria que se encontra no anexo 11.

No decorrer da auditoria, verificou-se que o impresso com cálculos automáticos IQ.90.2A não se encontrava validado, contudo a NC já tinha sido detetada e registada.

Detetou-se que a validação da incerteza do método não se encontrava atualizada. Para resolver esta NC, o laboratório deve proceder à revalidação do método.

4.2.1.12. Auditoria ao método NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.

Resumo do método:

Neutralização dos ácidos livres solúveis contidos na nata, por solução alcalina titulada ⁽⁷⁸⁾.

Foram detetadas cinco NC durante a realização do relatório de auditoria que se encontra no anexo 12.

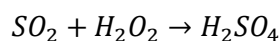
Não existem evidências da atualização da validação do método (precisão intermédia, incerteza e repetibilidade, nos últimos 5 anos. Foram evidenciados os dados da revalidação do método, no entanto não foi demonstrado o seu tratamento estatístico bem como a emissão do protocolo de validação.

Foram também verificadas duas não conformidades que já tinham sido detetadas e registadas previamente. No caso do impresso que se encontrava por validar, a sua validação já estava em curso e o equipamento encontrava-se devidamente identificado, à data de realização do relatório.

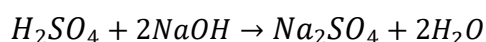
4.2.1.13. Auditoria ao método PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.

Resumo:

Arrastamento do dióxido de enxofre, SO₂, por intermédio de uma corrente de azoto. Posterior fixação e oxidação do dióxido de enxofre numa solução diluída e neutra de peróxido de hidrogénio.



Quantificação do ácido sulfúrico formado com recurso a uma solução padronizada de hidróxido de sódio ⁽⁷⁹⁾.



Foram detetadas cinco NC durante a realização do relatório de auditoria que se encontra em anexo (anexo 13).

No decorrer da auditoria, foi detetado que não existiam registos da realização do ensaio em branco, como definido no procedimento. O analista referiu que estes ensaios eram efetuados, mas não os registava no impresso associado. Verificou-se, na auditoria vertical, que o analista não efetuava a rastreabilidade a todo o material utilizado. Para tratar estas NC, foi realizada uma alteração no impresso. Esta alteração permite a colocação dos resultados obtidos, no decorrer do ensaio em branco, e a rastreabilidade a todo o material utilizado pelo analista.

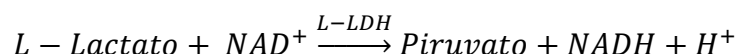
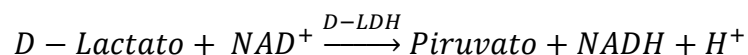
Como referido anteriormente, o laboratório deve recorrer a buretas calibradas para a realização de titulações, o que não se verificou no decorrer da auditoria. Como forma de evitar a repetição desta NC, o analista foi sensibilizado para a utilização do material adequado para a realização dos ensaios.

Constatou-se que foram obtidos valores fora do limite de aceitação, na verificação da hotte, e que não existiam evidências do registo da NC. Para evitar a ocorrência desta NC, já tinha sido criado um impresso, pelo que não foi necessário proceder a qualquer ação corretiva.

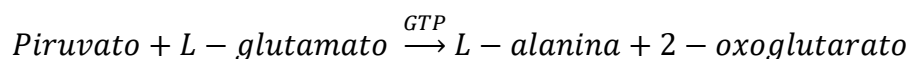
4.2.1.14. Auditoria ao método PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico

Resumo do método:

Na presença da enzima D-lactato desidrogenase (D-LDH), o ácido D-láctico (D-lactato) é oxidado a piruvato pelo dinucleótido de nicotinamida e adenina (NAD). A oxidação do ácido L-láctico requer a presença da enzima L-lactato desidrogenase (L-LDH).



O equilíbrio destas reações está do lado do lactato e pode ser deslocado a favor do piruvato e NADH, pelo consumo do piruvato numa reação subsequente catalisada pela glutamato-piruvato transaminase (GTP) na presença de L-glutamato.



A quantidade de NADH formada nas reações anteriores é estequiométrica em relação às quantidades de ácido D-láctico e ácido L-láctico, respetivamente. A quantidade de NADH formada é determinada pela medição da absorvância a 340nm⁽⁸⁰⁾.

Foram detetadas quatro não conformidades durante a realização do relatório de auditoria que se encontra em anexo (anexo 14).

No decorrer da auditoria presencial, verificou-se que a analista apenas realizou o ensaio em branco aos reagentes do kit enzimático. Constatou-se que o parágrafo referente ao ensaio em branco induz em erro a sua realização, uma vez que refere que o ensaio em branco deve ser realizado segundo o procedimento indicado, mas na ausência da amostra. Para evitar uma possível má interpretação do método, foi realizada uma emenda manuscrita no procedimento original e entregue uma cópia controlada ao analista.

Verificou-se que os impressos IQ.226.2A Determinação do ácido láctico, IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de Temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas não se encontravam validados. Procedeu-se à validação dos impressos, para corrigir estas NC.

Não foi evidenciada a rastreabilidade a todos os equipamentos utilizados pelo analista, no decorrer da auditoria vertical. Este foi alertado para evitar a ocorrência desta NC.

4.2.1.15. Auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria

Resumo do método:

A amostra é dispersada em meio ácido, sob agitação, de modo a libertar os cloretos solúveis. A suspensão é titulada por potenciometria em $\text{AgNO}_3^{(81)}$.

Foram detetadas quatro não conformidades durante a realização do relatório de auditoria que se encontra em anexo (anexo 15).

A versão do procedimento presente no laboratório não se encontrava atualizada. No entanto, na data da realização da auditoria o PAFQ encontrava-se em atualização.

Não foram detetadas evidências da validação de dois impressos com cálculos automáticos. Para tratar estas não conformidades, procedeu-se à validação dos impressos.

Não foi evidenciada, na auditoria vertical, a rastreabilidade ao potenciómetro utilizado pelo analista. O analista foi sensibilizado para a importância da rastreabilidade

aos equipamentos.

4.2.1.16. Auditoria ao método PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.

Resumo do método:

O colagénio, expresso em gramas por 100g (g/100g), é dado por:

$$\text{Colagénio} = \text{Teor de hidroxiprolina} \times 8$$

Teor de hidroxiprolina – Teor de hidroxiprolina obtido de acordo com a norma portuguesa NP 1987 (versão em rigor), expresso em g/100g⁽⁸²⁾.

O PAFQ.363.0 é um procedimento interno utilizado para determinar o teor de colagénio. Apenas foi realizada a auditoria vertical a este método, uma vez que envolve a realização de um cálculo através do programa LIMS, com os valores do teor de hidroxiprolina obtidos pela norma NP 1987. Não foi detetada qualquer NC na auditoria realizada (anexo 16).

5. Conclusões

A segurança e a qualidade permitem melhorar a competitividade das empresas. A implementação de um SGQ permite que o laboratório seja capaz de evidenciar o nível de qualidade com que trabalha. Como consequência, possibilita a colaboração com clientes mais seletivos, alargar o seu leque de clientes, cumprir determinadas especificações legais e aperfeiçoar a imagem do laboratório ⁽⁴¹⁾.

A acreditação do laboratório segundo a norma NP EN ISO/IEC 17025 demonstra que o mesmo gere um SGQ, garantindo a sua competência técnica e a produção de resultados tecnicamente válidos.

Após a obtenção da acreditação, o laboratório está sujeito a auditorias periódicas, por parte do IPAC, o que exige uma melhoria contínua do seu SG.

Um laboratório acreditado deve proceder à realização de auditorias internas anuais com o objetivo de respeitar os requisitos normativos do referencial NP EN ISO/IEC 17025. A Silliker Portugal exibe um programa anual de auditorias internas, sendo cada requisito (deste referencial normativo) auditado, pelo menos, uma vez por ano.

As auditorias internas são fundamentais na deteção de atividades que requerem ações corretivas e possibilitam uma melhoria do SG da organização. As auditorias técnicas têm como objetivo garantir que todos os ensaios no âmbito da acreditação são auditados, em cada ciclo de acreditação. No entanto, o laboratório também audita, anualmente, vários ensaios não acreditados para corrigir os desvios e criar oportunidades de melhoria.

No decorrer da auditoria são constatadas todas as evidências verificadas em relação à execução do método. Após a sua concretização, é realizado um relatório de auditoria onde são registadas as NC e oportunidades de melhoria encontradas.

Quando são encontradas NC ou oportunidades de melhoria, procede-se à implementação de ações corretivas ou preventivas. Após a sua implementação, é necessário proceder à sua avaliação para verificar a eficácia das mesmas.

No decorrer do estágio foram realizadas 16 auditorias. Nessas auditorias constataram-se 80 NC, que foram registadas e aplicadas as medidas corretivas de modo a evitar a sua recorrência e garantir a qualidade dos resultados.

As NC encontradas com mais frequência consistem na ausência da validação de impressos com cálculos automáticos, certificados de lote de reagentes/materiais e da verificação/manutenção dos equipamentos de acordo com o respetivo procedimento.

Em relação à validação dos métodos, verificou-se a existência de métodos que ainda não se encontravam validados e métodos que se encontravam em fase de validação/revalidação. O laboratório deverá proceder à sua validação ou à emissão do relatório de validação.

A realização de auditorias revelou-se uma ferramenta essencial, permitindo que a Silliker Portugal garanta a qualidade dos seus resultados, perante os clientes e entidades competentes. A sua periodicidade possibilita detetar e controlar erros que poderiam colocar em causa a qualidade dos resultados obtidos no decorrer das análises. A realização de auditorias permite, também, a criação de oportunidades de melhoria que podem evitar uma futura NC.

6. Referências Bibliográficas

1. Manual da Qualidade. Silliker Portugal; 2016.
2. Merieux NutriSciences. [citado em: 22-05-2017]. Disponível em: <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por>.
3. Manual de acolhimento. Silliker Portugal. 2015
4. Mahan LK, Escott-Stump S, Raymond JL, Krause MV. Krause's Food & the Nutrition Care Process. Elsevier/Saunders; 2012.
5. Paul Insel DR, Kimberley McMahon, Melissa Bernstein. Nutrition. Jones & Bartlett Publishers; 2011.
6. Newell DG, Koopmans M, Verhoef L, Duizer E, Aidara-Kane A, Sprong H, et al. Food-borne diseases — The challenges of 20 years ago still persist while new ones continue to emerge. International Journal of Food Microbiology. 2010; 139, Supplement:S3-S15.
7. Michael P. Doyle RLB. Food Microbiology: Fundamentals and Frontiers. ASM Press; 2012.
8. Santos LO. Acreditação de laboratórios de ensaio de acordo com os requisitos da norma NBR/IEC 17025. 2011
9. Faruque SM. Foodborne and Waterborne Bacterial Pathogens: Epidemiology, Evolution and Molecular Biology. Caister Academic Press; 2012.
10. Codex Alimentarius - Versão Portuguesa. FAO/WHO Food Standards. 2003
11. A practical guide for health researchers. World Health Organization. 2004
12. Nelson Santos António AT, Álvaro Rosa. Gestão da Qualidade: de Deming ao Modelo de Excelência da EFQM. Edições Sílabo; 2016.
13. Higgins C. Food Safety: Old Habits, New Perspectives. ASM Press. 2007
14. Coletto D. Gerenciamento da segurança dos alimentos e da qualidade na indústria de alimentos. Universidade Federal do rio Grande do Sul. 2012
15. ISO 22000 Sistema de Gestão da Segurança Alimentar. International Organization for Standardization. 2005
16. ISO 9000 Sistemas de gestão da qualidade. Fundamentos e vocabulário. Instituto Português da Qualidade. 2015

17. Martinelli F. Gestão da Qualidade Total. IESDE Brasil SA. 2009
18. NP EN ISO/IEC 17025 Requisitos gerais de competências para laboratórios de ensaio e calibração. Instituto Português da Qualidade. 2005
19. WHO. Public health review of the Enterohaemorrhagic Escherichia Coli outbreak in Germany. World Health Organization. 2011
20. Picó Y, Farré M, Barceló D. Chapter 20 - Emerging Contaminants. In: Chemical Analysis of Food: Techniques and Applications. Boston: Academic Press; 2012. p. 665-91.
21. Nielsen S. Food Analysis. Springer US; 2003.
22. Silva RJNBd. Modelação do desempenho de métodos analíticos complexos. 2004
23. Pires JAÂC. Acreditação: Vantagens e dificuldades da implementação de um Sistema da Qualidade num laboratório de ensaio e /ou calibração. 2006
24. IPAC. Guia Acreditação de Laboratórios Químicos, OGC002. Instituto Português de Acreditação (IPAC). 2011
25. ISO 17011 Conformity assessment - General requirements for accreditation bodies accrediting conformity assessment bodies. International Organization for Standardization. 2005
26. Wallin HC. Why Do Food Analysts Need Quality Assurance? Accreditation and Quality Assurance: Journal for Quality, Comparability and Reliability in Chemical Measurement,. 1996; 1:163–70.
27. acreditação IPd. Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025. 2010
28. José António da Silva Barradas PS. Certificação e Acreditação: duas perspetivas num laboratório de metrologia. TMQ – Techniques, Methodologies and Quality 2013
29. IPAC. Acreditação. 2017. Disponível em: <http://www.ipac.pt>.
30. B. W. Wenclawiak MK, E. Hdjicostas. Quality Assurance in Analytical Chemistry Training and Teaching. Springer. 2004
31. Vocabulário Internacional de Metrologia. Instituto Português da Qualidade. 2012
32. IPAC. OGC001 Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025. 2010
33. MN Imoto RF. Determinação dos limites de detecção (LD) e quantificação

(LQ) em análise de resíduos de pesticidas organohalogenados por cromatografia em fase gasosa. Ecotoxicologia e Meio Ambiente, . 2008

34. PCQ.34 Validação de métodos em análise química. Silliker Portugal. 2014
35. Vocabulário International de Metrologia– Conceitos básicos, conceitos gerais, termos associados (VIM). Instituto Português da Qualidade. 2008
36. PCQ.004 Procedimento de Controlo da Qualidade. Silliker Portugal. 2013
37. ISO/IEC 17043 “Conformity assessment – General requirements for proficiency testing”. International Organization for Standardization.
38. Jamie Bartram RB. Richard, Water Quality Monitoring – A Practical Guide to the Design and Implementation of Freshwater Quality Studies and Monitoring Programmes, . United Nations Environment Programme and the World Health Organization,. 1996
39. PGQ.17.3 Resultados analíticos Silliker Portugal. 2016
40. Relacre 3 - Guia Validação de Resultados em Laboratórios Químicos. Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal.
41. Hunter L. Validation and Qualification in Analytical Laboratories. Informa Healthcare USA. 2007
42. RELACRE. Guia RELACRE 11 - Edição 2 Elaboração do Manual da Qualidade de Laboratórios. 2006
43. PGQ.03 Gestão da documentação. Silliker Portugal. 2003
44. PGQ.06 Gestão Comercial e Serviço ao Cliente. Silliker Portugal. 2017
45. PGQ.11 Subcontratação de ensaios. Silliker Portugal. 2014
46. PGQ.02 Aquisição de produtos. Silliker Portugal. 2017
47. PCQ.23 Controlo do material na receção. Silliker Portugal. 2015
48. 06 Gestão Comercial e Serviço ao Cliente. Silliker Portugal. 2016
49. PGQ.05 Gestão das não conformidades. Silliker Portugal. 2012
50. PGQ.18 Revisão pela gestão. Silliker Portugal. 2011
51. PGQ.05 Gestão das não conformidades. Silliker Portugal. 2016
52. PGQ.13 Auditorias Internas. Silliker Portugal. 2012
53. PGQ.1.6 Gestão de recursos humanos Silliker Portugal. 2016
54. PGQ.13.1 Gestão do equipamento de medição e ensaio Silliker Portugal.

2016

55. NP EN ISO 9011 Sistemas de Gestão da Qualidade. Requisitos. Instituto Português da Qualidade. 2015
56. Erasmus RT, Zemlin AE. Clinical audit in the laboratory. *Journal of Clinical Pathology*. 2009; 62(7):593-97.
57. ISO 19011 Guidelines for auditing management systems. International Organization for Standardization. 2011
58. PGQ.05.0 Gestão das não conformidades. Silliker Portugal. 2016
59. ISO 1738 - IDF 12 Determination of salt content. International Organization for Standardization. 2004
60. PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Silliker Portugal. 2017
61. PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. Silliker Portugal. 2010
62. PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Silliker Portugal. 2011
63. PGL.06 Gestão de soluções. Silliker Portugal. 2014
64. AOAC 985.29 Total dietary fiber in foods. 1990
65. AOAC 985.29 Total dietary fiber in foods. 2010
66. ISO 6886 Animal and vegetable fats and oils - Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test). International Organization for Standardization. 2016
67. NP 1223 Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente. Instituto Português da Qualidade. 1976
68. NP 1421 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez. Instituto Português da Qualidade. 1977
69. Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência. Silliker Portugal. 2006
70. NP 1613 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matériagorda total. Método de referência. Instituto Português da Qualidade. 1979
71. NP 1987 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência. Instituto Português da Qualidade. 2002
72. PEQ.50.1 Espectrofotómetro UV/Vis. Silliker Portugal. 2015

73. PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Silliker Portugal. 2012
74. PEQ.07.0 Procedimento de utilização de equipamento. Material de vidro volumétrico. Silliker Portugal. 2006
75. NP 3966 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escurido. Instituto Português da Qualidade. 1991
76. NP 475 Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda. Instituto Português da Qualidade. 1983
77. NP 518 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C. Instituto Português da Qualidade. 1986
78. NP 638 Nata. Determinação da acidez. 1985
79. PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso emSO₂. Método Monier-Williams. Silliker Portugal. 2017
80. PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico. Silliker Portugal. 2017
81. PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria. Silliker Portugal. 2013
82. PAFQ.363.0 Determinação de colagénio. Silliker Portugal. 2013
83. PAFQ.084.3 Determinação dos açúcares componentes. 2013

7. Anexos

Anexo 1 – Resumo dos serviços prestados pela empresa

Tabela 24 - Serviços prestados pela Silliker Portugal S.A⁽¹⁾.

Serviços	Descrição dos serviços
Microbiologia	Microrganismos patogénicos e indicadores Ensaio qualitativos e quantitativos Challenge test
Físico-química	Contaminantes Informação nutricional Alergénios Aditivos Vitaminas
Ambiente	Água de consumo, residual, rega e suporte de vida Resíduos e substratos Qualidade do ar
Auditorias	ISO 22000 HACCP, GMP IFS, BRC Risco de alérgenos Fornecedores
Consultadoria	Gestão de segurança alimentar Rotulagem Consultadoria técnica Fichas técnicas Legislação
Inspeções	Inspeções Peritagens Colheita de amostras <i>Asia Food Inspection</i>
Formação	Planos de formação inter e intraempresas

	Seminários
Investimento e tecnologia	Estudos de vida útil Validação de processos Validação de produto Defeitos em alimentos Identificação de partículas estranhas
Embalagens	Avaliação da conformidade Ensaio de migração Cumprimento dos requisitos ambientais Estudo de biodegradabilidade
Análise sensorial	Análise descritiva Estudos de consumidor Cliente mistério Formação

Anexo 2 – Relatório da auditoria ao método AOAC 985.29 *Total dietary fiber in foods.*

Tabela 25 - Relatório da auditoria ao método AOAC 985.29 *Total dietary fiber in foods.*

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. AOAC 985.29 c) Sim. Impresso IQ.148.1 (Índice) – Métodos AOAC - Pasta 1 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?		X		Não. A analista tem acesso a uma cópia integral do PAFQ.998.0 – O complemento ao método.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2016/82967 b) Lista de trabalho n.º 2016/042744 c) Estufa 54 e 125; bomba de vácuo 28F; banhos 9B e 16J; sonda de trabalho 86DN, 86BN, 86CX, 123A e 191K; bomba de vácuo 28B; mufla 34F; balança 2E; micropipeta 82M; conta-minutos 59L; frigorífico 35H; potenciómetro 24C; elétrodo 159X; moinho Retsch ZM 200 130B.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. Impresso IQ.133.1-A Determinação de fibra alimentar - Ensaio único. b) Sim. Impressos com cálculos validados a 2009-07-24.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).		X (b)		a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: estufa 54 e 125; bomba de vácuo 28F; banhos 9B e 16J; sonda de trabalho 86DN, 86BN, 86CX, 123A e 191K; sondas de referência 110G, 110H, 122 e 102D; mufla 34F balança 2E; massas 104, 183, 76 e 75; micropipeta 82M; conta-minutos 59L; cronómetro 58; bomba de vácuo 28B; frigorífico 35H; potenciómetro 24C; elétrodo 159X; moinho Retsch ZM 200 130B. b) O equipamento 159X não possui etiqueta de identificação.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1 1)		a1) Estufa de Vácuo 54 b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas. Verificação feita de acordo com o PEQ.38.0 Bombas de vácuo. c1) NA; d1) Sim. a2) Bomba de vácuo 28F associada ao equipamento 54 b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.38.0 Bombas de vácuo. c2) NA; d2) Sim. a3) Banho 16J b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c3) NA; d3) Sim. a4) Sonda 86CX associada ao equipamento 16J b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) Sim a5) Banho 9B b5) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods</i> .			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p>e monitorização das temperaturas. c5) NA; d5) Sim</p> <p>a6) Sonda 86DN associada ao equipamento 9B b6) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c6) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d6) Sim</p> <p>a7) Frigorífico 35H b7) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores. Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c7) NA; d7) Sim</p> <p>a8) Sonda 191K associada ao equipamento 35H b8) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c8) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d8) Sim</p> <p>a9) Mufla 34F b9) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.20.0 Muflas. Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p>c9) NA; d9) Sim</p> <p>a10) Sonda 123A associada ao equipamento 34F</p> <p>b10) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>c10) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d10) Sim</p> <p>a11) Estufa refrigeradora 125</p> <p>b11) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas. Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - última verificação a 16-11-2016. (Nota: a verificação encontra-se desatualizada)</p> <p>c11) NA; d11) Sim</p> <p>a12) Sonda 86BN associada ao equipamento 125</p> <p>b12) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) Sim</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Micropipeta 82M b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. c1) NA d1) Sim a2) Pipeta de 10 ml b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c2) NA; d2) Sim a3) Proveta de 100 ml b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c3) NA; d3) Sim a4) Balões volumétricos de 500 ml e de 2000 ml b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. C4) NA; d4) Sim

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2E b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2A b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem CALIBRAÇÃO: -Massa de 5 mg (Ref interna:104) -Massa de 1g (Ref interna: 183) - Massa de 10g (Ref interna: 76) - Massa de 100g (Ref interna: 75)

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (c2)		a1) Conta-minutos 59L b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. c1) NA d1) Sim a2) Potenciómetro 24C b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.12.3 Potenciómetro. c2) Impresso IQ.268.1 Validado em 2013-10-09 (validação do impresso IQ.268.0 - as únicas alterações da revisão 0 para a revisão 1 foram no cabeçalho); Impresso IQ.50.2A e impresso IQ.156.6 - Não foi evidenciada a validação destes impressos. d2) Sim a3) Eléctrodo 159X b3) Utilização e manutenção de acordo com o definido no procedimento PEQ.12.3 Potenciómetro. c3) NA d3) Sim a4) Moinho ultracentrifugo ZM 200 130B b4) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores. c4) Impresso IQ.271.2 validado no dia 2015-02-12 d4) Sim a5) Bomba de vácuo 28B b5) Utilização e manutenção de acordo com o definido no procedimento PEQ.38.0 Bombas de vácuo c5) NA d5) Sim

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?		X (b4) (b5)		a1) α-amilase: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes da α-amilase (I28) b1) Sim. a2) Protease: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes da protease (I24) b2) Sim. a3) Amiloglucosidase: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes da amiloglucosidase (I27) b3) Sim. a4) Hidrogenofosfato disódio hidrogenado: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidrogenofosfato disódio hidrogenado (C49) b4) Não. (O certificado de lote foi pedido pela analista a 2016-05-04) a5) Hidrogenofosfato de sódio 1H: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidrogenofosfato de sódio 1H (C27). b5) Não. (Certificado de lote pedido pela analista a 2016-05-04) a6) Celite: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes da celite (F199) b6) Sim. a7) Etanol Absoluto: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (D9) b7) Sim a8) Acetona: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes da acetona (D10) b8) Sim. a9) Solução tampão pH=4: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes da solução tampão pH=4 (F4) b9) sim. a10) Solução tampão pH=7: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes da solução tampão pH=7 (F5) sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				a11) Solução HCl 0,325N: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido clorídrico 1N (H7) b11) sim. a12) Solução NaOH 0,275N: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (B4) b12) sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (a) (b)		a) Repetibilidade (Nota: não há registo da validação da repetibilidade do método) b) Precisão intermédia atualizada em 2010. c) Incerteza atualizada em 2014.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/063720 b) Lista de trabalho n.º 2016/032982 c) Boletim analítico n.º 70743/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. Balança 2E; Estufa 54; Mufla 34F; Potenciómetro 24C; Banho 9C; Banho 16J. c) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.				a) Branco = Resíduo - Proteína - Cinza $B = 0,0126 - 0,0087 - (0,0020) = 0,0069$ $TDF = \text{Resíduo} - \text{Proteína} - C \text{ inza} - \text{Branco}$ $TDF1 = (0,0756 - 0,0325 - 0,0076 - 0,0069) / 1,4808 = 1,9313$ $TDF2 = (0,0757 - 0,0296 - 0,0090 - 0,0069) / 1,4783 = 2,1105$ $TDF = (1,9313 + 2,1105) / 2 = 2,0 \text{ g}$ b) Sim. Resultado apresentado com uma casa decimal.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016). - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-26. b) A analista está qualificada para esta determinação.
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. c) NA

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 14, 15, 16, 17, 22 de novembro de 2016.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: AOAC 985.29 <i>Total dietary fiber in foods.</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Triscuits (barcode PR054-NOV15). b) Sim. c) RSD < 5% - 2,62% d) NA

Anexo 3 – Relatório da auditoria ao método ISO 6886:2016
Animal and vegetable fats and oils – Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test).

Tabela 26 - Relatório de auditoria ao método ISO 6886:2016 *Animal and vegetable fats and oils - Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test).*

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 26 e 27 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: ISO 6886:2016 <i>Animal and vegetable fats and oils - Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test).</i>			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. ISO 6886:2016. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Gorduras e óleos comestíveis - Normas ISO (Pasta 2) e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista, com a data de 2017-01-13.
O procedimento é seguido pelos analistas?		X (b), (c), (d), (e)		a) O procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise encontra-se de acordo com a preparação da amostra definida na ISO 661:2003 Animal and vegetable fats and oils_Preparation of test sample. b) Não foi evidenciado o controlo do fluxo de $(10 \pm 1,0)$ l/h - parágrafo 6.1.2. c) Não foi evidenciada a utilização de um termómetro calibrado ou sonda para medição da temperatura no bloco de aquecimento - parágrafo 6.1.7. d) Não foi evidenciado no procedimento PGQ.08.5 Gestão das amostras que a amostra até ser preparada é mantida refrigerada e ao abrigo da luz. e) Não foi evidenciado no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise que a amostra até ser

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 26 e 27 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: ISO 6886:2016 <i>Animal and vegetable fats and oils - Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test)</i>.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				preparada é mantida refrigerada e ao abrigo da luz.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.		X (b)		a) Amostra n.º 2017/005391. b) Lista de trabalho n.º 2017/003186. Foi detetado na lista de trabalho que a referência à norma está errada. Na lista de trabalho está definida a norma ISO 6886:2006, no entanto a norma utilizada é a ISO 6886:2016. c) Balança 38A; 120B; 120A.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): Existem impressos associados ao método?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 38A; massas 68, 76 e 75; rancimat 120A e 120B; frigorífico 35H; sonda de trabalho 191K; sonda de referência 102D. b) Equipamentos devidamente identificados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Frigorífico 35H b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c1) NA; d1) Sim. a2) Sonda 191K associada ao equipamento 35H b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 26 e 27 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: ISO 6886:2016 <i>Animal and vegetable fats and oils - Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test)</i>.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) Sim
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Proveta de 100 ml b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c1) NA. d1) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 38A b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. - OK c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2F b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. - OK CALIBRAÇÃO: - Massa de 10 g (Ref interna: 76) - Massa de 100 g (Ref interna: 75) - Massa de 500 g (Ref interna: 68)

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 26 e 27 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: ISO 6886:2016 <i>Animal and vegetable fats and oils - Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test)</i>.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1) (d1) (b2) (d2)		a1) Rancimat 120A b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento com o PEQ.77.0 Rancimat. CALIBRAÇÃO: Não foi evidenciada a calibração da temperatura, condutividade e fluxo. VERIFICAÇÃO: Não foram evidenciados registos relativos à verificação do equipamento. MANUTENÇÃO: OK. c1) NA d1) A analista não efetua a verificação do equipamento de acordo com o definido no procedimento com o PEQ.77.0 Rancimat. a2) Rancimat 120B b2) CALIBRAÇÃO: Não foi evidenciada a calibração da temperatura, condutividade e fluxo. VERIFICAÇÃO: Não foram evidenciados registos relativos à verificação do equipamento. MANUTENÇÃO: OK. c2) NA d2) O procedimento PEQ.77.0 não contempla o equipamento Rancimat 120B (utilização, calibração, verificação e manutenção).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?		X (a4)		a1) Hidróxido de potássio: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes de hidróxido do potássio (B6) (lote:16F154108). b1) Sim a2) Acetona: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes da acetona (D10) (lote:STBG4508). b2) Sim a3) 2-Propanol: Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 2-Propanol (D15) (lote:16G254007). b3) Sim

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 26 e 27 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: ISO 6886:2016 <i>Animal and vegetable fats and oils - Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test)</i>.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				a4) Não foi evidenciado o registo da preparação da solução de lavagem do material de vidro no impresso IQ.210Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (b), (c)		a) Repetibilidade: definida na norma. b) Precisão intermédia: validação em curso. c) Incerteza: validação em curso.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/091265 b) Lista de trabalho n.º 2016/047017 c) Boletim analítico n.º 96210/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		X (b), (c)		a) Sim. b) Não há evidência dos equipamentos utilizados (balança e rancimat) c) Não existe evidência da rastreabilidade ao duplicado efetuado na série de trabalho.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		X (b)		a) NA b) Foi evidenciado em erro de transcrição da lista de trabalho para o sistema informático na temperatura de 130°C. O resultado obtido foi de 3,96 horas, o que de acordo com o arredondamento definido na norma o resultado final emitido para o Cliente seria de 4,0 horas. No entanto a analista transcreveu 3,9 horas, pelo que o

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 26 e 27 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: ISO 6886:2016 <i>Animal and vegetable fats and oils - Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test)</i>.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				resultado final emitido para o Cliente foi de 3,9 horas.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?		X (a3)		a) Pasta de recursos humanos 1B: a1) IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK a2) IQ.25.2 Descrição de funções - OK a3) IQ.26.0 Lista de competências - A norma definida na lista de competência encontra-se errada. Em uso a ISO 6886:2016 e não ISO 6886:2006. a4) Ficha de aptidão médica - OK (2016). a5) Certificado de habilitações - OK a6) CV - OK - Atualizado em 2015-02-24. b) A analista está qualificada para esta determinação.
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?		X (a), (b)		a) b) Não foram evidenciados registos de participação em ensaios de comparação interlaboratorial nem de amostras cegas. c) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?		X (a)		a) AS-SOP-008: Statistical Process Control Charting Chemistry: "If a lab performs less than one hundred samples per year, then a control chart is not required. However, the test must include a reference sample that has a known amount of the analyte" - Não foi evidenciado o cumprimento deste requisito. b) c) d) NA

Anexo 4 - Relatório da auditoria ao método NP 1223:1976 Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.

Tabela 27 - Relatório da auditoria ao método NP 1223:1976 Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 16 e 17 de janeiro			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1223:1976. Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 1223:1976. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Derivados de frutos e produtos hortícolas - Normas Portuguesas (Pasta 1) e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			A analista tem acesso a uma cópia integral do método controlada com a data de 02-12-2016 - impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/004094. b) Lista de trabalho n.º 2017/002539. c) Balança 2G; hotte 44B.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		X		a) Sim. Impresso IQ.124.1F Padronização do nitrato de prata. b) Não. O impresso IQ.124.1F não se encontra validado. NOTA: À data de elaboração deste relatório, constatou-se que o impresso IQ.124.1F já se encontrava validado. Validação efetuada em 2017-02-14, LF.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 16 e 17 de janeiro			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1223:1976. Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).				a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2G; bureta C; massas 104, 183, 76 e 75, hotte 44B; anemómetro 131. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balão volumétrico de 250 ml b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c1) NA . d1) Sim a2) Bureta de 25 ml b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c2) NA. d2) Sim. a3) Pipeta volumétrica de 15 ml e de 25 ml b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c3) NA. d3) Sim. a4) Pipeta graduada de 5 ml b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c4) NA. d4) Sim. a6) Proveta graduada de 100 ml b6) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c6) NA. d6) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 16 e 17 de janeiro			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1223:1976. Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2G b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2G b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem CALIBRAÇÃO: - Massa de 5 mg (Ref interna:104) - Massa de 1 g (Ref interna: 183) - Massa de 10 g (Ref interna: 76) - Massa de 100 g (Ref interna: 75)
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1)		a1) Hotte 44B b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. VERIFICAÇÃO: Constatou-se que foram obtidos valores fora do limite de aceitação - 0,25 a 0,5 m/s (Ver impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar Hottes e CFL). Não há evidências do registo desta NC. c1) NA; d1) Sim. a2) Anemómetro 131 b2) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) NA; d2) Não.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 16 e 17 de janeiro			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1223:1976. Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Ácido nítrico concentrado: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes do cloreto de sódio (H8) b1) Sim a2) Solução de nitrato de prata: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes de nitrato de prata (C79) b2) Sim a3) Solução 0,1N de tiocianato de potássio: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes de nitrato de prata (C10) b3) Sim a4) Solução saturada a frio de sulfato de ferro III e amónio: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes de cromato de potássio (C28) b4) Sim
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (a) (c)		Precisão intermédia validade em 2014-05-08. Não existem evidências da atualização da validação da repetibilidade e da incerteza. NOTA: Foram evidenciados os dados da revalidação do método, terminada em 2017-01-12, no entanto não foi evidenciado o seu tratamento estatístico bem como a emissão do protocolo de validação (VM).

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 16 e 17 de janeiro			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1223:1976. Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/094904. b) Lista de trabalho n.º 2016/047945. c) Boletim analítico n.º 10111/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. Rastreabilidade à balança 2G. c) Sim.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. (volume AgNO ₃ gasto × título de AgNO ₃ - volume tiocianato gasto × título tiocianato) × 5,844 × 250 / massa da toma / volume filtrado - Resultado 1: Volume AGNO ₃ gasto = 10,25 N Título de AgNO ₃ = 0,1013 N Volume tiocianato gasto = 3,10 ml Título tiocianato = 0,1009 N Massa da toma = 5,0932 g Volume do filtrado = 15,00 ml (10,25 × 0,1013 - 3,10 × 0,1009) × 5,844 × 250 / 5,0932 / 15,00 = 13,8748 - Resultado 2: Volume AGNO ₃ gasto = 10,25 ml Título de AgNO ₃ = 0,1013 N Volume tiocianato gasto = 3,25 ml Título tiocianato = 0,1009 N Massa da toma = 5,844 g Volume do filtrado = 15,00 ml (10,25 × 0,1013 - 3,25 ×

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 16 e 17 de janeiro			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1223:1976. Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p>0,1009) × 5,844 × 250 / 5,0253 / 15,00 = 13,7689</p> <p>Resultado apresentado no boletim analítico é a média dos dois resultados.</p> <p>- Resultado1 + Resultado2 ÷ 2 = 13,8748 + 13,7689 / 2 = 13,82 g/100g</p> <p>b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento às centésimas.</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1C: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016). - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2017-01-26. b) A analista está qualificada para esta determinação.
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. c) NA

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 16 e 17 de janeiro			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1223:1976. Géneros alimentícios derivados de frutos e produtos hortícolas. Determinação do teor de cloretos. Processo corrente.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Tomato juice (barcode PR1222-MAR16); DPCS Molho de soja (barcode PR1222-NOV16) - Nota: a analista está a realizar os doi DPCS em simultâneo, pois ainda se encontra a construir a carta do molho de soja. A analista ainda não tem 7 pontos nesta carta. b) Sim. c) RSD não aplicável. d) NA

Anexo 5 – Relatório da auditoria ao método NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.

Tabela 28 - Relatório da auditoria ao método NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 23 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 1421:1977 c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Derivados de frutos e produtos hortícolas - Normas Portuguesas (Pasta 1) e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			A analista tem acesso a uma cópia integral do método controlada com a data de 2016-11-30 - IQ.11.6 Fotocópias de documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/003178 b) Lista de trabalho n.º 2017/002040 c) Balança 2F
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Impresso IQ.124.0B Padronização do hidróxido de sódio. b) Sim. Impresso validado em 2015- 09-03.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 23 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2E; massas 104, 183, 76 e 75; bureta A. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Bureta de 10 ml b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c1) NA; d1) Sim a2) Balões volumétricos de 250 ml b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c2) NA; d2) Sim a3) Pipetas volumétricas de 50 ml b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c3) NA; d3) Sim
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2F b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2F b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem CALIBRAÇÃO: -Massa de 5 mg (Ref interna:104) -Massa de 1g (Ref interna: 183)

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 23 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				- Massa de 10g (Ref interna: 76) - Massa de 100g (Ref interna: 75)
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Solução alcoólica de fenolftaleína a 1 g/100 cm³: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes da fenolftaleína (E7) b1) Não foi evidenciado o certificado de lote deste reagente. Trata-se de um lote antigo que já não se encontra nas instalações da empresa. A existência deste certificado de lote pode ser evidenciada na auditoria realizada em 2016-01 ao método NP 1712:1981 – Manteiga. Determinação da acidez total. a2) Solução 0,1 N de hidróxido de sódio: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (B4) (lote: 16C100018). b2) sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 23 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X(a)		a) Não foi evidenciado o estudo da repetibilidade. b) Precisão intermédia atualizada em 2014-05-08. c) Incerteza atualizada em 2014-03-20.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/094478 b) Lista de trabalho n.º 2016/047618 c) Boletim analítico n.º 871/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. Rastreabilidade à balança 2F. c) Sim.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. Determinação de acidez (expressa em ácido cítrico anidro) = $\text{Título NaOH} \times \text{Volume NaOH gasto} \times 250 \times 1000 \times 0,064 / \text{Volume toma} / \text{Volume filtrado}$ - Resultado 1: $\text{Título NaOH (N)} = 0,998$ $\text{Volume NaOH gasto (ml)} = 4,44$ $\text{Volume da toma (ml)} = 25,4830$ $\text{Volume do filtrado (ml)} = 25,00$ $0,998 \times 4,44 \times 25000 \times 0,064 / 25,4830 / 25,00 = 1,1129$ - Resultado 2: $\text{Título NaOH (N)} = 0,998$ $\text{Volume NaOH gasto (ml)} = 2,08$

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 23 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p>Volume da toma (ml) = 12,3722 Volume do filtrado (ml) = 1,0738 $0,0998 \times 2,08 \times 25000 \times 0,064 / 12,3722 / 25,00 = 1,0738$</p> <p>Resultado apresentado no boletim analítico é a média dos dois resultados, pois cumpre com o critério de repetibilidade definido na Norma - diferença entre os volumes gastos igual ou inferior a 2% à média de ambos. $-(\text{Resultado1} + \text{Resultado2}) \div 2 = 1,1129 + 1,0738 = 1,0934 \gg 1,1 \text{ g/100g}$</p> <p>b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento às décimas.</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			<p>a) Pasta de recursos humanos 1B: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016). - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-24. b) A analista está qualificada para esta determinação.</p>
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			<p>a) Sim. b) Sim. Fevereiro de 2016 - BIPEA sumos - Amostra n.º 2016/009506. Abril de 2016 - BIPEA sumos - Amostra n.º 2016/026831. Setembro de 2016 - BIPEA sumos - Amostra n.º 2016/068064. c) NA</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 23 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1421:1977 Géneros alimentícios derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Powdered beverage (barcode PR083-NOV15). b) Sim. c) RSD < 2% d) Sim, NC 280/Q/Abr16.

Anexo 6 – Relatório da auditoria ao método NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.

Tabela 29 - Relatório da auditoria ao método NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 4 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 1612:2006. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Carnes e derivados – Normas Portuguesas – e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista, registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-11-23.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Os pontos 8.3 Destilação "Arrefecer o tubo e proceder à destilação da amónia, igualmente de acordo com as instruções do aparelho, recolhendo o destilado contendo 50 ml de solução de ácido bórico e 4 gotas do respetivo indicador. Verificar se a destilação foi completa utilizando papel vermelho de tornesol humedecido com água destilada (a cor não deve ser modificada pelo líquido proveniente do refrigerante)" e 8.4 Titulação "Titular o conteúdo do matraz com a solução de ácido clorídrico usando o indicador I ou ácido sulfúrico usando o Indicador II e anotar o volume gasto arredondando à divisão mais próxima" não são realizados de acordo com o indicado na norma uma vez que o equipamento existente permite a realizar os dois pontos em simultâneo.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 4 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/024099 b) Lista de trabalho n.º 2017/013444 c) Balança 2G; hotte 44C; digestor de proteínas 118A; destilador 50; sonda 123F; dispensador 49D.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. Impresso IQ.124.0D Padronização do ácido clorídrico. b) Impresso validado com a data de 2015-09-03.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2G; massas 104, 183, 76 e 75; hotte 44C; anemómetro 131; digestor de proteínas 118A; destilador 50; sonda 123F; dispensador 49D. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Digestor de proteínas 118A b1) Utilização, e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.75.2 Digestor de proteínas. Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c1 NA d1) Sim a2) Sonda 86DT associada ao equipamento 118A b2) Manutenção realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c2) NA. d2) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 4 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a) Dispensador 49D b) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. c) Validação do impresso IQ.227.4 realizada em 2016-02-01 d) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2G b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2G b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem CALIBRAÇÃO: - Massa de 5 mg (Ref interna:104) -Massa de 1 g (Ref interna: 183) - Massa de 10 g (Ref interna: 76) - Massa de 100 g (Ref interna: 75)

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 4 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):- Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados?b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Hotte 44C b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. c1) NA; d1) Sim. a2) Anemómetro 131 b2) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. c2) NA; d2) NA. a3) Destilador 50 b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.34.2 Destilador de proteínas c3) NA; d3) Sim
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?		X (b4)		a1) Pastilhas catalisadoras (Kjelhabs): Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - Kjelhabs (C6); b1) Sim. a2) Solução de indicador I (verde de bromocresol): Sim. Verificado impresso IQ.210.0 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - verde de bromocresol (E10); b2) Sim. a3) Solução de indicador II (vermelho de metilo): Sim. Verificado impresso IQ.210.0 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - vermelho de metilo (E3); b3) Sim. a4) Solução de hidróxido de sódio: Sim. Verificado impresso IQ.210.0 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC. Verificado

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 4 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p>o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - hidróxido de sódio (B2); b4) Não existem evidências do certificado de lote do reagente - o certificado não foi pedido pela analista. - NC já detetada e registada - NC 1439/Q/Jun2017.</p> <p>a5) Solução de ácido bórico: Sim. Verificado impresso IQ.210.0 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - ácido bórico (A11); b5) Sim.</p> <p>a6) Solução de ácido clorídrico 0,1M: Sim. Verificado impresso IQ.210.0 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - ácido clorídrico 37% (H7); b6) Sim.</p> <p>a7) Solução de ácido sulfúrico 0,1M: Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - ácido sulfúrico 95% (H7); b7) Sim.</p> <p>a8) Sulfato de amónia: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - sulfato de amónia (C41); b8) Sim.</p> <p>a9) Sacarose: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - sacarose (C94); b9) Sim.</p> <p>a10) Acetanilida: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - acetanilida (F81); b10) Sim.</p>
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (b) (c)		Repetibilidade definida na norma. Não existem evidências da atualização da validação da precisão intermédia (2008) e da incerteza (2005) nos últimos 5 anos.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 4 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/040471 b) Lista de trabalho n.º 2017/021006 c) Boletim analítico n.º 42027/EGI/17
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. Balança 2G e digestor 118A. c) Sim.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. <u>Teor de proteína total</u> Massa da toma = 1,1532 Título do HCl = 0,0992 Volume HCl gasto ensaio = 25,2526 ml Teor de proteína total = $0,14 \times 10 \times \text{título do HCl} \times \text{Volume HCl gasto} \times 6,25 / \text{massa da toma}$ = $0,14 \times 10 \times 0,0992 \times 25,2526 \times 6,25 / 1,1532$ = 19,00684 = 19,01 b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento a duas casas centésimas

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 4 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1612:2006 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de azoto total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1C: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-01-23. b) A analista está qualificada para esta determinação.
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Março de 2016 – ECI LGC (meat) - Amostra n.º 2016/19603. Novembro de 2016 - ECI LGC (meat) - Amostra n.º 2016/087740. c) 1268/Q/Abr2017 - NC em tratamento.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Poultry Spam (barcode PR706-NOV16) b) Sim. c) RSD < 2% - 0,61 d) NA.

Anexo 7 – Relatório da auditoria ao método NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.

Tabela 30 - Relatório da auditoria ao método NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 10, 17 e 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 1316:1979. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Carnes, derivados e produtos cárneos – Normas Portuguesas – e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada na capa da analista principal (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-11-30.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/024107 (boiled sausage) b) NA. c) Balança 2A; Moinho granulador de laboratório 121E; baterias de placas de aquecimento 52C; Soxtec-avanti 117D; Timers-matéria gorda 192; estufa 13D.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		X (b)		a) Sim. IQ.23.1A Determinação de matéria gorda - Soxhlet b) Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.23.1A. - NC já detetada e registada 1248/Q/Mar2017

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 10, 17 e 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2A; massas 183, 76,75; bateria de placas de aquecimento 52C; timers 192M, 192P, 192Z; cronómetro de referência 58; Soxtec avanti 117D; moinho granulador de laboratório 121E; estufa 13D; sonda 86DG b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Estufa 13D b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.3 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c1) NA; d1) Sim a2) Sonda 86DG associada ao equipamento 13D b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0, validados em 2013-04-09. d2) Sim a3) Bateria de placa de aquecimento 52C b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas c3) NA. d3) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 10, 17 e 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Balança 2A</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. C1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. D1) Sim a2) <u>Massas utilizadas na verificação da balança 2A</u> b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Massa de 1g (183); massa de 10g (76); massa de 100g (75) c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d2) Sim

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 10, 17 e 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):- Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados?b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			<u>a1) Moinho granulador de laboratório 121E</u> b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. c1) Impresso IQ.271.2 validado no dia 2015-02-12 d1) Sim <u>a2) Timer 192M; 192P; 192Z</u> b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. c2) NA d2) Sim. <u>a3) Soxtec avanti 117D</u> b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.74.2 Soxtec Avanti. c3) NA. d3) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis ? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) <u>Solução de ácido clorídrico:</u> Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido sulfúrico (H7); b1) Sim. a2) <u>Éter de petróleo:</u> Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter de petróleo (D2); b2) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2013. c) Incerteza atualizada em 2013.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 10, 17 e 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/014108 b) NA c) Boletim analítico n.º 16653/EGI/17
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim b) Sim. Rastreabilidade à balança 2A e à estufa 13D. c) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 10, 17 e 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. <u>Amostra 1</u> massa da toma para análise (g) = 3,1151 massa do copo (g) = 41,1418 massa do copo + gordura (g) = 41,7250 matéria gorda = (massa do copo + gordura - massa do balão) × 100 / massa da toma matéria gorda = (41,7250 - 41,1418) × 100 / 3,1151 = 18,7217 <u>Amostra 2</u> massa da toma para análise (g) = 3,0957 massa do copo (g) = 44,5749 massa do copo + gordura (g) = 45,1603 matéria gorda = (massa do copo + gordura - massa do balão) × 100 / massa da toma matéria gorda = (45,5749 - 44,5749) × 100 / 3,0957 = 18,9101 <u>média</u> = (18,7217 + 18,9101) / 2 = 18,8 b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento às décimas.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1A: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-12-14) - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-02-13 b) A analista está qualificada para esta determinação.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 10, 17 e 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1613:1979 Carnes, derivados e produtos cárneos. Determinação da matéria gorda total. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?b) Duas participações por ano?c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim.b) Sim. Março de 2016 – ECI LGC (meat) - Amostra n.º 2016/19603. Novembro de 2016 - ECI LGC (meat) - Amostra n.º 2016/087740. Maio 2016 - ECI LGC ((meat) -2016/034939.c) 1268/Q/Abr2017 - NC em tratamento.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Poultry Spam (barcode PR707-NOV16). b) Sim. c) Sim. RSD < 3% - 2,02% d) NA

Anexo 8 – Relatório da auditoria ao método NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.

Tabela 31 - Relatório da auditoria ao método NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 1987:2002. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Carnes, derivados e produtos cárneos – Normas Portuguesas – e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.3 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2011-10-04.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2016/080087 (morcela) b) Lista de trabalho n.º 2016/041380 c) Balança 2A; Estufa 14H; Sonda de trabalho 86DK; Cronómetro 59AI; Banho 9C; Sonda de trabalho 86CR; Stepper 77E; Espectrofotómetro 78C; Frigorífico 35H; Sonda de trabalho 191K.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.76.1C Reta de calibração da hidroxiprolina e IQ.164.0 Soluções de calibração L-hidroxiprolina. b) Sim. Impresso IQ.76.1C validado em 2013-04-15 e impresso IQ.164.0 validado em 2013-03-04.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2A; massas 75, 76 e 183; estufa 14H; sonda de trabalho 86DK; sondas de referência 110G e 110H; conta-minutos 59AI; cronómetro de referência 58; banho 9C; sonda de trabalho 86CR; stepper 77E; espectrofotómetro 78C; filtro de Hólmio 81; frigorífico 35H; sonda de trabalho 191K; sonda de referência 102D; moinho granulador de laboratório 121E. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1) (b3) (b5)		a1) Estufa 14H b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. VERIFICAÇÃO: verificado o impresso IQ.115.5 Carta de Controlo (B) do equipamento – os registos encontram-se atualizados (Nota: a analista afirmou que não realizou a manutenção devido à falta de disponibilidade do equipamento ou da própria). MANUTENÇÃO: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-09-22. Em falta encontra-se a manutenção relativa ao mês de outubro (NOTA: a analista afirmou que não realizou a manutenção devido à falta de disponibilidade do equipamento ou da própria). c1) NA; d1) Sim. a2) Sonda 86DK associada ao equipamento 14H b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p>temperaturas.</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) Sim</p> <p>a3) <u>Banho 9C</u></p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. VERIFICAÇÃO: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento (NOTA: não existe rastreabilidade ao impresso utilizado, ou seja, na folha não consta o código do impresso). MANUTENÇÃO: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-10-13 (Nota: o procedimento rastreado no impresso IQ.35 não está correto. A analista escreve que a manutenção é realizada pelo PME.05 quando na realidade esta é realizada pelo PEQ.05).</p> <p>c3) NA; d3) Sim.</p> <p>a4) <u>Sonda 86CR associada ao equipamento 9C</u></p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) Sim</p> <p>a5) <u>Frigorífico 35H</u></p> <p>b5) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p>procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>VERIFICAÇÃO: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados (NOTA: não existe rastreabilidade ao impresso utilizado, ou seja, na folha não consta o código do impresso)</p> <p>c5) NA; d5) Sim</p> <p>a6) <u>Sonda 191K associada ao equipamento 35H</u></p> <p>b6) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>c6) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d6) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		X (b2) (b3) (b4)		<p>a1) <u>Stepper 77E</u></p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.</p> <p>c1) NA; d1) Sim</p> <p>a2) <u>Balão volumétrico</u></p> <p>b2) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico.</p> <p>Lote A08 (2007 - 250ml) (este lote não cumpre com a data de validade definida no PEQ.07.0)</p> <p>Lote B15 e D7 (250ml) e lote 0554 (100ml) (não foram evidenciados os certificados de lote)</p> <p>c2) NA; d2) Sim</p> <p>a3) <u>Provetas</u></p> <p>b3) Utilização, verificação e manutenção</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote 0289 e 444 (100ml) e lote 443 (50ml) (não foram evidenciados os certificados de lote) c3) NA; d3) Sim a4) <u>Pipetas volumétricas</u> b4) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material de vidro volumétrico. Lote C04 (2004 – 40ml) e lote B03 (2003 - 4ml) (estes lotes não cumprem com a data de validade definida no PEQ.07.0) Lote D15 (5ml) (não foi evidenciado o certificado de lote) C4) NA; d4) Sim
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1)		a1) <u>Balança 2A</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.. VERIFICAÇÃO: (constatou-se que este equipamento não foi verificado no dia 2016-11-02). MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim a2) <u>Massas utilizadas na verificação da balança 2A</u> b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Massa de 1g (183) Massa de 10g (76) Massa de 100g (75) c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d2) Sim

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):- Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados?b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b3)		a1) <u>Conta-minutos 59AI</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. c1) NA; d1) Sim a2) <u>Cronómetro de referência n.º 58</u> b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. c2) Sim; d2) Sim a3) <u>Espectrofotómetro 78C</u> b3) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.50.1 Espectrofotómetro UV/Vis VERIFICAÇÃO: (não cumpre com a periodicidade definida no PEQ.50.1). c3) IQ.165.4 Análise de verificação do espectrofotómetro com o filtro de hólmio, validado em 2015-09-17; d3) Sim a4) <u>Moinho granulador de laboratório 121E</u> b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise c4) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12; d4) Sim
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?		X (a1) (a2) (a6) (a1) 1)		a1) <u>Solução de ácido sulfúrico:</u> Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (não existe rastreabilidade ao impresso utilizado, ou seja, na folha não consta o código do impresso) e verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido sulfúrico (H6) (lote: SZBG1470V) ; b1) Sim. a2) <u>Solução-tampão:</u> Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (não existe

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p>rastreabilidade ao impresso utilizado, ou seja, na folha não consta o código do impresso); b1) NA.</p> <p>a3) <u>Ácido cítrico monohidratado</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido cítrico (A9) (lote: 0000478481); b3) Sim.</p> <p>a4) <u>Hidróxido de sódio</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (B4) (lote: B1089898); b4) Sim.</p> <p>a5) <u>Acetato de sódio anidro</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do acetato de sódio anidro (C60) (lote: AM0804568); b5) Sim.</p> <p>a6) <u>1-propanol</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 1-propanol (D14) (lote: P1E025271E); b6) Não foi evidenciado certificado de lote e não foi evidenciado o pedido no impresso IQ.139.0 Pedido de certificados de lotes em falta.</p> <p>a7) <u>Reagente cloramina-T</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da cloramina-T (F50) (lote: K48314926); b7) Sim.</p> <p>a8) <u>Ácido perclórico</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido perclórico (H18) (lote: 16D214006); b8) Sim.</p> <p>a9) <u>2-propanol</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 2-propanol (D15) (lote: 16C040507); b9) Sim.</p> <p>a10) <u>p-dimetilaminobenzaldeído</u>: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 4-(Dimetilamina)benzaldeído (F38) (lote: N015051558); b10) Sim.</p> <p>a11) <u>Solução padrão de hidroxiprolina</u>: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (não existe rastreabilidade ao impresso utilizado, ou seja, na folha não consta o código do impresso); b11) NA.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				a12) <u>Hidroxiprolina</u> : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da L-Hidroxiprolina (F37) (lote: K44839306); b12) Sim. a13) <u>Kit para verificação das abs do esp UV/Vis</u> : Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes (F245) (lote: HC67827458); b13) Sim.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2013. c) Incerteza atualizada em 2013.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/073853 b) Lista de trabalho n.º 2016/038710 c) Boletim analítico n.º 80873/EGI/16
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		X (c)		a) Sim. b) Sim. 2A, 14H, 9C e 78C. c) Sim. Verificado no IQ.76.1C Reta de calibração da hidroxiprolina e na lista de trabalho (apesar da rastreabilidade ser efetuada no impresso IQ.76.1C a analista rastreou, também, os equipamentos na lista de trabalho. No entanto constatou-se que na lista de trabalho é rastreada a balança 2A, enquanto que no impresso IQ.76.1C é rastreada a 2F).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão		X (a1)		a) Sim. <u>Teor em hidroxiprolina</u> (1) Massa da toma = 4,0207g Volume da alíquota do hidrolisado

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.				<p>retirado = 5ml Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado = 1,00260µg/ml (a analista transcreveu para o LIMS 1,002060) Concentração branco = 0,06490ug/ml Teor em hidroxiprolina = $(6,25 \times (\text{Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado} - \text{Concentração branco})) / (\text{Massa da toma} \times \text{Volume da alíquota do hidrolisado retirado}) = (6,25 \times (1,00260 - 0,06490)) / (4,0207 \times 5) = 0,29 \text{ g/100g}$ (2) Massa da toma = 4,1091g Volume da alíquota do hidrolisado retirado = 5ml Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado = 1,00240µg/ml Concentração branco = 0,06490ug/ml Teor em hidroxiprolina = $(6,25 \times (\text{Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado} - \text{Concentração branco})) / (\text{Massa da toma} \times \text{Volume da alíquota do hidrolisado retirado}) = (6,25 \times (1,00240 - 0,06490)) / (4,1091 \times 5) = 0,29 \text{ g/100g}$ (3) Massa da toma = 4,0607g Volume da alíquota do hidrolisado retirado = 5ml Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado = 1,00240µg/ml Concentração branco = 0,06490ug/ml Teor em hidroxiprolina = $(6,25 \times (\text{Concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado} - \text{Concentração branco})) / (\text{Massa da toma} \times \text{Volume da alíquota do hidrolisado retirado}) = (6,25 \times (1,00240 - 0,06490)) / (4,0607 \times 5) = 0,29 \text{ g/100g}$ Resultado médio = 0,29 g/100g b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento a duas casas decimais.</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 1987:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções	X			a) Pasta de recursos humanos 1A: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2015-09-30) (NOTA: previsão para 2016-11-23) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-27. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Ana Neves (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio em 2015-10-06).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Maio de 2016 – ECI LGC (amostra_733) - Amostra n.º 2016/034942. Previsto para 2016-11-21 ECI LGC (amostra_733). c) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Turkey Spam Hydroxyproline (barcode PR711-JUN15). b) Sim. c) Sim. RSD < 5% - 3,89% d) Sim. NC287/Q/Abril2016, fechada em 2016-04-21 por Alice Santos; NC1046/Q/Julho2016, fechada em 2016-09-01 por Laura Santos.

Anexo 9 – Relatório da auditoria ao método NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.

Tabela 32 - Relatório da auditoria ao método NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 3966:1991. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Derivados de frutos e produtos hortícolas – Normas Portuguesas – e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-11-30.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/026066 b) NA. c) Balança 39E; peneiro 185K; conta-minutos 59AP.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 39E; massas 183, 76, 75 e 68; conta-minutos 59AP; cronómetro 58 e peneiro 185P. b) - Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balanças 39E, massas 68 e 183, cronómetro 58 têm as etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - O equipamento 59AP tem a etiqueta de verificação (IQ.222 Verificação dos equipamentos metrológicos de contagem de tempo).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			<u>a1) Balança 39E</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-12-05, certificado de calibração n.º10776/16, emitido pelo EIA em 2016-12-05, apto em 2017-01-08, próxima calibração em 2018-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – 2017-04-18. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) IQ.199.2B Verificação interna de balanças - Diário Avaliação - Validado em 2016-02-23. d1) Sim <u>a2) Massas utilizadas na verificação da balança 39E</u> b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				CALIBRAÇÃO: Massa de 1g (183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7305/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09. Massa de 10g (76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º7309/16, emitido pelo EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23, próxima calibração em 2017-09. c2) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d2) Sim
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Conta-minutos 59AT b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro n.º 58. Calibrado pelo CATIM em 2016-07-20, certificado de calibração n.º 6056-16 emitido em 2016-07-20. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2017-07. VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos. Última verificação em 12-01-2017 - OK. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK c1) NA d1) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?			X	
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			VM.028.1, emitido em 2016-02-01.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/017942 b) NA c) Boletim analítico n.º 22295/EGI/17
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?			X	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) NA. b) Os resultados são expressos em g, com arredondamento às unidades.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 18 de abril de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 3966:1991 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do peso escorrido.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?		X (a)		a) Pasta de recursos humanos 1A: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações – não existem evidências do certificado de habilitações da analista. - CV - OK - Atualizado a 31 de janeiro de 2017. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Erika Ramanlho (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de junho de 2012).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?			X	
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?			X	

Anexo 10 – Relatório da auditoria ao método NP 475:1983 Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda

Tabela 33 - Relatório da auditoria ao método NP 475:1983 Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 475:1983. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Laticínios – Normas Portuguesas – Pasta 1 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.5 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2013-07-04.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2016/080509. b) Lista de trabalho n.º 2016/041463. c) Balança 2F; Estufa 14D; Sonda de trabalho 86CJ; Cronómetro 59AH; Banho 16J; Sonda de trabalho 86CX.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a) Sim. IQ.90.1B Determinação de água, humidade e perda de massa por secagem. b) Sim. Impresso IQ.90.1B validado em 2015-11-19.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2F; massas 75, 76, 104 e 183; estufa 14D; sonda de trabalho 86CJ; sondas de referência 110H e 110G; banho 16J; sonda de trabalho 86CX; conta-minutos 59AH; cronómetro de referência 58. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1) (b3)		a1) Estufa 14D b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. MANUTENÇÃO: (em falta encontra-se a manutenção relativa ao mês de outubro). c1) NA; d1) Sim. a2) Sonda 86CJ associada ao equipamento 14D b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. maio de 2016, próxima verificação a maio de 2017. c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) Sim. a3) Banho 16J b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. VERIFICAÇÃO: (os registos não se encontram atualizados, último registo em 2016-05-17). c3) NA; d3) Sim. a4) <u>Sonda 86CX associada ao equipamento 16J</u> b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes:			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Balança 2F</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. D1) Sim. a2) Massas utilizadas na verificação da balança 2F b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Massa de 5mg (104) Massa de 1g (183) Massa de 10g (76) Massa de 100g (75) c2) NA d2) Sim

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):- Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados?b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) <u>Conta-minutos 59AH</u> b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. c1) NA; d1) Sim a2) <u>Cronómetro de referência n.º 58</u> b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. c2) Sim; d2) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a) Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da areia do mar (F36) (lote: TA2052812) b) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (b) (c)		a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2008. c) Incerteza atualizada em 2007.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			<u>Resíduo seco</u> a) Amostra n.º 2016/029935 b) NA c) Boletim analítico n.º35159/EGI/16 <u>Resíduo seco isento de matéria gorda</u> a) Amostra n.º 2016/062990 b) NA c) Boletim analítico n.º68046/EGI/16

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) NA b) Sim. 2F,14D,14H. c) NA
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. <u>Resíduo seco</u> (1) Massa da toma = 5,1411g Massa da tara = 66,2022 g Massa da tara + resíduo = 66,8289 g Resíduo seco = ((Massa da tara + resíduo) - Massa da tara / Massa toma) *100 = 12,19 g/100g (2) Massa da toma = 5,4500g Massa da tara = 72,6522 g Massa da tara + resíduo = 73,3176 g Resíduo seco = ((Massa da tara + resíduo) - Massa da tara / Massa toma) *100 = 12,21 g/100g Resultado médio = 12,20 g/100g <u>Resíduo seco isento de matéria gorda</u> Resíduo seco isento de matéria gorda = ((Massa da tara + resíduo) - Massa da tara / Massa toma) *100 - MG (1) 12,19 - 3,54 = 8,65 (2) 12,21 - 3,54 = 8,67 Resultado médio = 8,66 g/100g Ambos os duplicados cumprem com o critério de repetibilidade (0,05 g/100g). b) Os resultados são expressos em

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3, 4 e 7 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				g/100g, com arredondamento a uma casa decimal.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1C: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-24. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções, Elisabete Feiteira (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de Junho de 2012).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Abril de 2016 - LGC (Milk_28) - Amostra n.º 2016/029935. Em realização ECI Silliker (amostra n.º 2016/072903). c) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Milk powder (barcode PR054-NOV15). b) Sim. c) RSD < 5% - 0,12% d) NA

Anexo 11 - Relatório da auditoria ao método NP 518:1986 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C.

Tabela 34 - Relatório da auditoria técnica ao método NP 518:1986 cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 e 25 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 518:1986 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 518:1986 c) Sim. Impresso IQ.148.1 (Índice) – Cereais, leguminosas e derivados - Normas Portuguesas (Pasta 1) e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			A analista tem acesso a uma cópia integral do método controlada com a data de 2016-11-24 - Impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos e/ou registos originais.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/004620 b) NA. c) Balança 2F; Mufla 34D; conta-minutos 59AH; sonda de trabalho 123B; placa de aquecimento 51B; moinho granulador 121E; hotte 44C.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		X (b)		a) Sim. Impresso IQ.90.2A Determinação de cinza. b) Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.90.2A. - NC já detetada e registada - 1391/Q/Junho2017

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 e 25 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 518:1986 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2F; massas 104, 183, 76 e 75; mufla 34D; sonda 123B; sonda de referência 122; placa de aquecimento 51B; conta-minutos 59AH; cronómetro de referência 58; hotte 44C; anemómetro 131. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Mufla 34D b1) Calibração, utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.20.0 Muflas. Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c1) NA; d1) Sim a2) Sonda 123B associada ao equipamento 34D b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) Sim a3) Placa de aquecimento 51B b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. c3) NA. d3) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 e 25 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 518:1986 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2F b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2F b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: - Massa de 1g (Ref interna: 183) - Massa de 10g (Ref interna: 76) - Massa de 100g (Ref interna: 75)
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Conta-minutos 59AH b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. c1) NA d1) Sim. a2) Moinho granulador 121E b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. c2) Impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d2) Sim. a3) Hotte 44C b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 e 25 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 518:1986 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				laminar e anemómetro. c3) NA; d3) Sim. a4) Anemómetro 131 b4) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c4) NA; d4) NA.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (c)		a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2014-05-08. c) Incerteza: validação do método não se encontra atualizada, última validação em 2007-02-23.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/000351 b) NA. c) Boletim analítico n.º 2093/EGI/17
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. Balança 2F e Mufla 34D. C) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 e 25 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 518:1986 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Teor em cinza total (1) m_1 = massa da toma = 2,0033 g m_2 = massa da cinza obtida = massa da cápsula+cinza – massa da cápsula = 17,0020 – 16,9029 = 0,0991 g Teor em cinza total = $(m_2/m_1) \times 100 = (0,0994/2,0033) \times 100 = 4,9468$ g/100g (2) m_1 = massa da toma = 2,0486 g m_2 = massa da cinza obtida = massa da cápsula+cinza – massa da cápsula = 20,7309 – 20,6298 = 0,1011 g Teor em cinza total = $(m_2/m_1) \times 100 = (0,1011/2,0486) \times 100 = 4,9351$ g/100g Resultado médio = $(4,9468 + 4,9351)/2 = 4,94$ g/100g b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento a duas casas decimais.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016). - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-24. b) A analista está qualificada para esta determinação.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 e 25 de janeiro de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 518:1986 Cereais e leguminosas. Determinação do teor de cinza. Processo por incineração a 550 °C.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. c) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Infant cereal (barcode PR021-NOV16). b) Sim. c) RSD < 2% - 1,34% d) NA

Anexo 12 – Relatório da auditoria ao método NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.

Tabela 35 - Relatório da auditoria ao método NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 02 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. NP 638:1985. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Laticínios – Normas Portuguesas – e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista, registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-11-30.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/029543 b) NA. c) Balança 2G; Banho 9E; Sonda 86DT; Bureta 7576.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a1) Impresso 23.0M Determinação de acidez, exp NaOH 1N. NP 470, NP638, NP 701, NP 1090, NP 1712. b1) Não há evidência da validação do impresso - NC já detetada e registada. a2) Impresso IQ.124.0B Padronização do hidróxido de sódio. b2) Impresso validado em 2015-09-03.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 02 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2G; massas 104; 183; 76; 75; bureta 7576; banho 9E; sonda 86DT. b) Os equipamentos 86DT não possui etiqueta de verificação. - NC já detetada e registada.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (a2)		a1) Banho 9E b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c5) NA; d5) Sim a2) Sonda 86DT associada ao equipamento 9E b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. VERIFICAÇÃO: Não existem evidências da verificação da sonda 86DT - NC já detetada e registada MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) NA. d2) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são	X			a1) Bureta de 10 ml b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Classe AS (+0,02ml) - 7576 (14.0543) c1) NA. d1) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 02 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
efetuadas de acordo com o procedimento?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2G b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2G b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem CALIBRAÇÃO: - Massa de 5 mg (Ref interna:104) - Massa de 1 g (Ref interna: 183) - Massa de 10 g (Ref interna: 76) - Massa de 100 g (Ref interna: 75)
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):- Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados?b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Conta-minutos 59AP (SPA) b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. c1) NA d1) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X	X (b2)		a1) Solução de hidróxido de sódio 0,1 N: Sim. Verificado impresso IQ.210.0 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - hidróxido de sódio (B4); b1) Sim. a2) Solução alcoólica de

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 02 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				fenolftaleína a 0,2%: Sim. Verificado impresso IQ.210.0 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - (E7); b2) Não foi evidenciado o certificado de lote deste reagente. Trata-se de um lote antigo que já não se encontra nas instalações da empresa. A existência deste certificado de lote pode ser evidenciada na auditoria realizada em 2016-01 ao método NP 1712:1981 – Manteiga. Determinação da acidez total.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.		X (a) (b) (c)		Não existem evidências da atualização da validação do método (última atualização da precisão intermédia em 2008 e da incerteza em 2007). NOTA: Foram evidenciados os dados da revalidação do método, terminada em 2016-07-01, no entanto não foi evidenciado o seu tratamento estatístico bem como a emissão do protocolo de validação (VM).
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/005669 b) NA c) Boletim analítico n.º 8394/EGI/17

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 02 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. 2G. c) Sim.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.				a) <u>Amostra 1</u> massa da toma (g) = 10,0076 Volume de NaOH gasto na amostra (ml) = 1,20 Concentração do NaOH (N) = 0,1006 Acidez (exp NaOH 1N) = $100 \times \text{Vol (NaOH)} \times \text{N (NaOH)} / \text{massa da toma}$ $= 100 \times 1,20 \times 0,1006 / 10,0076 = 1,206$ <u>Amostra 2</u> massa da toma (g) = 10,0022 Volume de NaOH gasto na amostra (ml) = 1,20 Concentração do NaOH (N) = 0,1006 Acidez (exp NaOH 1N) = $100 \times \text{Vol (NaOH)} \times \text{N (NaOH)} / \text{massa da toma}$ $= 100 \times 1,20 \times 0,1006 / 10,0022 = 1,206$ <u>Resultado médio</u> = $(1,206 + 1,206) / 2 = 1,2 \text{ ml/100g}$ b) Sim, os resultados apresentam-se em ml/100g, com aproximação às décimas.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 02 de maio de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: NP 638:1985 Nata. Determinação da acidez.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1C: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2015-10-20) - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-01-23. b) A analista está qualificada para esta determinação.
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Janeiro de 2017 – ECI LGC - Amostra n.º 2017/05669. Janeiro de 2017 - amostra cega - Amostra n.º 2017/031675. c) NA
Daily Process Control Samples (DPCS)			X	

Anexo 13 – Relatório da auditoria ao método PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.

Tabela 36 - Relatório da auditoria ao método PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de março de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. PAFQ.006.0 c) Sim. Impresso IQ.148.1 (Índice) – PAFQ - Procedimentos relativos às análises Físico-Químicas - Parte 1 (Pasta 4) e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das normas e procedimentos), registada no impresso - IQ.11.6 Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2017-03-22.
O procedimento é seguido pelos analistas?		X		Não foram evidenciados os registos do ensaio em branco (a analista efetua o ensaio semanalmente, no entanto, não existem evidências deste ensaio).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/016676 (hamburger). b) NA. c) Balança 38C; Balança 2B; Conta - minutos 59AO; Moinho granulador 121C; Hotte 44E; Agitador magnético com aquecimento 27H, 27I; 27J; 27L.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			a1) Impresso IQ.189.0 Cálculo do teor de sulfitos, expresso em SO ₂ - Método Monier-Williams. b1) Impresso validado em 2016-07-04. a2) Impresso IQ.124.0B Padronização do hidróxido de sódio.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de março de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				b2) Impresso validado em 2015-09-03.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: Balança 2B e 38C; massas 183, 76, 75, 68; moinho 121C; conta-minutos 59AO; cronómetro de referência 58; hotte 44E; agitador magnético com aquecimento 27H, 27I e 27J; anemómetro 131. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Equipamentos 2B; 38C; 183; 76; 75; 68; 58 (impresso IQ.146.3 Confirmação do EMA). - Conta-minutos 59AO (IQ.222.0 Verificação dos equipamentos metrológicos de contagem de tempo).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Agitador magnético com aquecimento 27I; 27H; 27J b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. c1) NA; d1) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de março de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO ₂ . Método Monier-Williams.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1) (d1)		a1) Bureta de 25 ml b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. CALIBRAÇÃO: Não há evidências da calibração individual da bureta. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK. c) NA. d1) Não há evidências da calibração individual da bureta. a2) Pipeta graduada de 20 ml b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c2) NA. d2) Sim. a3) Pipeta graduada de 2 ml b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c3) NA. d3) Sim. a4) Pipeta volumétrica de 20 ml b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c4) NA. d4) Sim. a5) Balão volumétrico de 200 ml b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c5) NA. d5) Sim. a6) Pipeta volumétrica de 50 ml b6) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c6) NA. d6) Sim. a7) Balão volumétrico de 100 ml b7) Utilização e manutenção

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de março de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p>realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p> <p>c7) NA. d7) Sim.</p> <p>a8) Pipeta graduada de 5 ml</p> <p>b8) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p> <p>c8) NA. d8) Sim.</p> <p>a9) Proveta de 250 ml</p> <p>b9) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Lote 445 – OK.</p> <p>c9) NA. d9) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	X			<p>a1) Balança 2B</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim.</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2B</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Massa de 1g (Ref interna: 183) - Massa de 10g (Ref interna: 76) - Massa de 100g (Ref interna: 75) <p>a3) Balança 38C</p> <p>b3) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim</p> <p>a4) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 38C</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de março de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				b4) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: - Massa de 10g (Ref interna: 76) - Massa de 100g (Ref interna: 75) - Massa de 500g (Ref interna: 68)
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (b1)		a1) Hotte 44E b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. NOTA:. Constatou-se que na verificação foram obtidos valores fora do limite de aceitação - 0,25 a 0,50 m/s (ver impresso IQ.08 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL) - Não há evidência do registo desta NC. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK. c1) NA; d1) Sim. a2) Anemómetro 131 b2) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. c2) NA; d2) Não. a3) Conta-minutos 59AO b3) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. c3) NA d3) Sim. a4) Moinho granulador de laboratório 121C b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de março de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				realizada de acordo com o PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. c4) Impresso IQ.271.2 validado no dia 2015-02-12 d4) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes, soluções ou consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Solução vermelho de metilo a 0,05%: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes do vermelho de metilo (E3) (lote: 0000372318) b1) Sim. a2) Solução 0,1 N de hidróxido de sódio: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo de preparação soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (B4) (lote: 16A080020). b2) sim. a3) Verificado o impresso IQ.197.1 controlo dos reagentes do metabissulfito de sódio (lote: K48111828). b3) sim. a4) Verificado o impresso IQ.197.1 controlo dos reagentes do ácido clorídrico, 37 % (H7) (lote: G3630). b4) Sim. a5) Verificado o impresso IQ.197.1 controlo dos reagentes do peróxido de hidrogénio (F300) (lote: K48111828). b5) Sim. a6) Verificado o impresso IQ.197.1 controlo dos reagentes do etanol absoluto (D9) (lote: 16L214006). b5) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			VM.066.0 - 2017-03-23

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de março de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/015949. b) NA. c) Boletim analítico n.º 17324/EGI/17
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		X (b)		a) NA. b) Apenas foi efetuada a rastreabilidade à balança 38C. Em falta encontra-se a rastreabilidade aos agitadores magnéticos com aquecimento. c) Sim.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		X (b)		a) V gasto na titulação NaOH (ml) = V final na titulação - V inicial na titulação V gasto na titulação NaOH = 14,70 - 2,50 = 12,20 ml V gasto na titulação NaOH = 11,30 - 0 = 11,30 ml Cálculo de SO ₂ = (V titulante × Normalidade NaOH × 32,03/ massa da toma) × 1000 Cálculo de SO ₂ = (12,20 × 0,1001 × 32,03 / 31,412 × 1000 = 124,5246 Cálculo de SO ₂ = (11,30 × 0,001 × 32,03 / 30,509 × 1000 = 118,7522 Média = (124,5246 + 118,7522) / 2 = 121,6384 = 122 mg/kg - O duplicado cumpre com o critério de repetibilidade definido - 10%. b) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA – QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de março de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	PAFQ.006.0 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B: - IQ.24.2 Plano de formação inicial – OK. - IQ.25.2 Descrição de funções – OK. - IQ.26.0 Lista de competências – OK. - Ficha de aptidão médica - OK (2016). - Certificado de habilitações – OK. - CV - OK - Atualizado em 2017-01-31. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25.2 Descrição de funções, Laura Sousa (2015). A analista adquiriu competência para este ensaio numa data anterior a junho de 2012.
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. b) Sim. Abril de 2016 - FAPAS (meat) - Amostra n.º 2016/02296. Agosto de 2016 - ECI Silliker (Dry fruits) - Amostra n.º 2016/057406. Outubro de 2016 - FAPAS (jam) - Amostra n.º 2016/073887. c) NA
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS (barcode PR1244-NOV16). DPCS (barcode PR1231-NOV16). b) Sim. c) RSD não aplicável. d) NA.

Anexo 14 – Relatório da auditoria ao método PAFQ.213.0

Determinação de ácido láctico

Tabela 37 - Relatório da auditoria ao método PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	X			a) Sim. b) Sim. PAFQ.213.0 c) Sim. Impresso IQ.148.1 (Índice) – PAFQ - Procedimentos relativos às análises Físico-Químicas - Parte 1 (Pasta 4) e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada com a analista (na capa das normas e procedimentos), registada no impresso - IQ.11.6 Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2017-02-15.
O procedimento é seguido pelos analistas?		X		O parágrafo 6.4.2 Ensaio em branco define: "Efetuar paralelamente um ensaio em branco segundo o procedimento indicado, mas na ausência da amostra", no entanto constatou-se que o ensaio em branco apenas é realizado aos reagentes do kit enzimático.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/19877 (queijo curado). b) NA. c) Balança 38A; Banho 9B; Sonda 86DN; Espectrofotómetro 78C; Conta-minutos 59AD; Frigorífico X; Sonda X; Câmara frigorífica 20B(4); Termómetro 19O; Micropipetas 82AA e 82AJ.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente		X (b)		a) Sim. Impresso IIQ.226.2A Determinação de ácido láctico. b) Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.226.2A.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
validados?				
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 38A; massas 68, 76 e 75; frigorífico 35A e 20 B(4); sondas 191J, 86DN; 191AD; sondas de referência 102D, 110G, 110H; conta-minutos 59AD; cronómetro de referência 58; micropipetas 82AA e 82AJ; banho 9B; espectrofotómetro 78C; moinho 121C; Termómetro 19O. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		X (c6)		a1) Frigorífico 35A b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c1) NA; d1) Sim a2) Sonda 191J associada ao equipamento 35A b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) Sim a3) Banho 9B b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p>c3) NA; d3) Sim.</p> <p>a4) Sonda 86DN associada ao equipamento 9B</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d4) Sim.</p> <p>a5) Frigorífico 20 B(4)</p> <p>b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas .</p> <p>c5) NA; d5) Sim.</p> <p>a6) Sonda 191AD associada ao equipamento 20 B(4)</p> <p>b6) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>c6) IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas - Não foi evidenciada a validação destes impressos. d6) Sim.</p> <p>a7) Termómetro 190</p> <p>b7) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>c7) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperatura, validados em 2013-04-09. d7) Sim</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Micropipeta 82AA b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. c1) IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas, validado a 2017-02-07 d1) Sim. a2) Micropipeta 82AJ b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas, validado a 2017-02-07 d2) Sim. a3) Balão volumétrico de 100 ml b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c3) NA. d3) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 38A b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 38A b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: - Massa de 10 g (Ref interna: 76). - Massa de 100 g (Ref interna: 75). - Massa de 500 g (Ref interna: 68)

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Espectrofotómetro 78C b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.50.1 Espectrofotómetro UV/Vis. c1) Impresso IQ.165.4 Análise da verificação do espectrofotómetro com o filtro de hólmio, validado em 2015-09-17. d1) Sim. a2) Conta-minutos 59AD b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. c2) NA. d2) Sim. a3) Moinho granulador de laboratório 121C b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. c3) Impresso IQ.271.2 validado no dia 2015-02-12 d3) Sim
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes, soluções ou consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Solução do frasco 2 do kit enzimático para a determinação de ácido láctico: Sim. Verificado o impresso IQ.210.2 Controlo da preparação soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.225.1 Controlo dos documentos externos (I6) (lote: 19168400). b1) Sim. a2) Verificado o impresso IQ.197.1 controlo dos reagentes do kit para verificação do espectrofotómetro UV/Vis (F245) (lote: 16C100018). b2) sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			VM.065.0 - 2017-03-22

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/016678. b) NA. c) Boletim analítico n.º 20045/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		X (b)		a) NA. b) Apenas foi efetuada a rastreabilidade à balança 2G; banho 9B e ao espectrofotómetro 78C. Em falta encontra-se a rastreabilidade ao termómetro. c) Sim.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Delta ensaio em branco_ácido D-lático = $\Delta 2 - \Delta 1 = 0,353 - 0,333 = 0,020$ – OK Delta ácido D-lático_amostra = $\Delta 2 - \Delta 1$ - Delta ensaio em branco = $(0,360 - 0,342) - 0,020 = -0,002$ - OK Como o Delta ácido D-lático_amostra é inferior a 0,100 o resultado é igual à concentração do ácido L-lático. Delta ensaio em branco_ácido D-lático = $\Delta 3 - \Delta 2 = 0,365 - 0,353 = 0,012$ - OK Delta ácido L-lático_amostra = $(\Delta 3 - \Delta 2) = (0,941 - 0,360) - 0,012 = 0,569$ - OK Conc. L-Lático (g/l) = $(0,2036 / 6,3 \times \text{Volume da toma}) \times \text{Delta ácido L-lático_amostra} = (0,2036/6,3 \times 0,100) \times 0,569 = 0,1839$ g/l - OK Conc. L-Lático(mg/kg) = $((\text{Conc. L-Lático (g/l)} \times \text{Volume do balão volumétrico})/\text{Massa da toma}) \times 1000 = ((0,1839 \times 100) / 1,0142) \times 1000 = 18131,172\text{mg/kg}$ - OK Como o Delta ácido D-lático_amostra é inferior a 0,100 o resultado final é igual à

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				concentração do ácido L-láctico. Conc. L-Lático(g/100g) = Conc. L-Lático(mg/kg)/10000 = 18131,172/10000 = 1,813 ≈ 1,81 g/100 g - OK b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento às centésimas.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	X			a) Pasta de recursos humanos 1B: - Plano de formação do pessoal técnico – OK. - IQ.25.2 Descrição de funções – OK. - IQ.26.0 Lista de competências – OK. - Ficha de aptidão médica - OK (2016). - Certificado de habilitações – OK. - CV - OK - Atualizado em 2017-02-19. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25.2 Descrição de funções (2015). IQ.255.2 Matriz de qualificação inicial Competências - No dia 2017-02-15, foi atribuída a competência para o método PAFQ.213, segundo o definido no procedimento PGQ.01 Recursos humanos: "6.2.5 Qualificação inicial de um novo analista - Química e Ambiente Quando um analista implementa e valida um novo método analítico, fica automaticamente qualificado para a realização do mesmo".
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X			a) Não. b) Prevista a realização de um ensaio de comparação interlaboratorial em 2017/09 - DRRR (processed cheese). c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?	X			a) Sim. DPCS - processed cheese (barcode PR1244-NOV16). b) Sim. c) RSD não aplicável. d) NA.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 24 de janeiro de 2017.			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: PAFQ.213.0 Determinação de ácido láctico.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?				

Anexo 15 – Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.

Tabela 38 - Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 08 de junho de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?		X (b)		a) Sim. b) Em uso PAFQ.355.3. Este PAFQ precisa de ser revisto: b1) Ainda se encontra no modelo antigo b2) Não reflete a nova revalidação que foi efetuada e emitida VM.070. b3) Os parágrafos campo de aplicação, controlo de qualidade e impressos não estão atualizados face à metodologia utilizada pelo laboratório. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Pasta 4. PAFQ- Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas - Parte 1
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	X			Cópia controlada na capa da analista principal (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2016-12-02.
O procedimento é seguido pelos analistas?	X			
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	X			a) Amostra n.º 2017/41274 (frutos secos). b) NA. c) Agitador magnético 53A; eletrodo 153AA; potenciómetro 24A; hotte 44C; balança 2G; pipetador automático 64H.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 08 de junho de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		X (b1) (b2)		a1) Impresso 237.0C Determinação de cloretos, exp NaCl. PAFQ.355. b1) Não há evidência da validação do impresso. a2) Impresso IQ.237.1A Determinação potenciométrica de cloretos. Primeira derivada. PAFQ.355. b2) Não há evidência da validação do impresso.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	X			a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2G; massas 104; 183; 76; 75; agitador magnético 53A; hotte 44C; anemómetro 131; potenciómetro 24A; elétrodo 159AA; pipetador automático 64AH. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 08 de junho de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			<u>a1) Bureta de 50 ml (D) e bureta de 25 ml G)</u> b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c1) NA. d1) Sim. <u>a2) Pipeta volumétrica de 20 ml e de 25 ml</u> b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c2) NA. d2) Sim. <u>a3) Balão volumétrico de 500 ml e de 1000 ml</u> b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c3)NA. d3) Sim. <u>a4) Proveta de 50 ml</u> b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. c4) NA. d4) Sim. <u>a5) Pipetador automático 64H</u> b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. c5) NA. d5) Sim.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 08 de junho de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Balança 2G b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2G b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	X			a1) Hotte 44C b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. c1) NA; d1) Sim. a2) Anemómetro 131 b2) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. c2) NA; d2) Sim a3) Potenciómetro 24A b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.12.3 Potenciómetro. c3) NA. d3) Sim. a4) Eléctrodo de prata 159AA b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.12.3 Potenciómetro. c4) NA. d4) Sim. a5) Agitador magnético 53A b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 08 de junho de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				Agitadores, placas e mantas. c5) NA. d5) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	X			a1) Solução de ácido nítrico diluída a (1+49): Sim. Verificado impresso IQ.210.0 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - ácido nítrico 68% (H8); b1) Sim. a2) Solução padrão de nitrato de prata a 0,856 M: Sim. Verificado impresso IQ.210.0 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - nitrato de prata (C79); b2) Sim. a3) Solução padrão de cloreto de sódio: Sim. Verificado impresso IQ.210.0 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - cloreto de sódio (C58); b3) Sim. a4) Solução de cloreto de sódio a 0,0856 M: Sim. Verificado o impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes - cloreto de sódio (C58); b4) Sim.
A validação do método está atualizada (≤5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	X			VM.070.0 emitido em 2017-04-10.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2017/029416 b) NA c) Boletim analítico n.º 35743/EGI/17

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 08 de junho de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		X (b)		a) Sim. b) Rastreabilidade à balança 2G. Não é evidenciado no impresso IQ.237.0C a rastreabilidade ao potenciómetro utilizado. c) Sim.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. Teor de cloretos = $((V - V_b) \times T \times 0,05844 \times 100) / \text{Massa da toma}$ <u>Amostra 1</u> M - Massa da toma (g): 5,7257 V - Volume de solução padrão de AgNO ₃ gasto na titulação da amostra (ml): 6,60 V _b - Volume de solução padrão de AgNO ₃ gasto na titulação do ensaio em branco (ml): 0,00 T - Concentração de AgNO ₃ (N): 0,08601 Teor de cloretos (g/100g) = $((6,60 - 0) \times 0,08601 \times 0,05844 \times 100) / 5,7257 = 0,579$ <u>Amostra 2</u> M - Massa da toma (g): 5,4579 V - Volume de solução padrão de AgNO ₃ gasto na titulação da amostra (ml): 6,26 V _b - Volume de solução padrão de AgNO ₃ gasto na titulação do ensaio em branco (ml): 0,00 T - Concentração de AgNO ₃ (N): 0,08601 Teor de cloretos (g/100g) = $((6,26 - 0) \times 0,08601 \times 0,05844 \times 100) / 5,4579 = 0,577$

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 08 de junho de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
				<p><u>Média</u>=(0,579+0,577)/2= 0,578</p> <p>b) Sim, os resultados apresentam-se em g/100g, com aproximação às centésimas.</p>
<p>Recursos humanos (PGQ.01):</p> <p>a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada?</p> <p>b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?</p>	X			<p>a) Pasta de recursos humanos 1C:</p> <ul style="list-style-type: none"> - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.255.2 Matriz de qualificação inicial de competências - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-12-14) - Certificado de habilitações – OK - CV - OK - Atualizado em 2017-01-23. <p>b) A analista está qualificada para esta determinação.</p> <p>IQ.25 Descrição de funções, Lara Pimentel (2015-04-16).</p> <ul style="list-style-type: none"> - IQ.255.2 Matriz de qualificação inicial de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio em 2015-04-16).
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p> <p>c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	X			<p>a) Sim.</p> <p>b) Sim. Janeiro de 2017 – ECI LGC - Amostra n.º 2017/05669. Janeiro de 2017 - amostra cega - Amostra n.º2017/031675.</p> <p>c) NA</p>

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 08 de junho de 2017			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: Relatório da auditoria ao método PAFQ.355.3 Determinação de cloretos por potenciometria.			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	X			a) Sim. DPCS Poultry Spam Salt (%) Potentiometric (barcode PR705-NOV16). b) Sim. c) RSD temporário < 2% - 2,24% (não é aplicável o registo de não conformidade) d) NA

Anexo 16 – Relatório da auditoria ao método PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.

Tabela 39 - Relatório da auditoria ao método PAFQ.363.0 Determinação de colagénio.

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 9 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: PAFQ.363.0 Determinação de colagénio			
ITEM	C	NC	NA	Comentários
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?			X	
O procedimento é seguido pelos analistas?			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria)			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria)			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria)			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas - Volumes - Massas - Outros			X	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria)			X	
A validação do método está atualizada (≤5 anos)?			X	

RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 9 de novembro de 2016			
	Auditora: Liliana Silva; Tânia Silva			
	Método: PAFQ.363.0 Determinação de colagénio			
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	X			a) Amostra n.º 2016/073853. b) Lista de trabalho n.º 2016/038710. c) Boletim analítico n.º 80873/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	X			a) Sim. b) Sim. 2A, 14H, 9C e 78C. c) Sim. Verificado no IQ.76.1C Reta de calibração da hidroxiprolina e na lista de trabalho.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	X			a) Sim. <u>Colagénio</u> Teor em hidroxiprolina = 0,29 g/100g Colagénio = Teor em hidroxiprolina x 8 = 0,29 x 8 = 2,32 g/100g b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento a duas casas decimais.
Recursos humanos (PGQ.01)			X	
Manutenção de competências			X	
Daily Process Control Samples (DPCS)			X	